

Escuela Agrícola Panamericana, Zamorano
Departamento de Agroindustria Alimentaria
Ingeniería en Agroindustria Alimentaria



Proyecto Especial de Graduación
**Optimización de parámetros fisicoquímicos y de proceso para la
producción de biodiesel a partir de aceite de cocina utilizado**

Estudiante

Alejandra Marcela Prado Jaramillo

Asesores

Luis F. Maldonado, Ph.D.

Adela M. Acosta, D.Sc.

Honduras, agosto 2022

Autoridades

TANYA MÜLLER GARCÍA

Rectora

ANA M. MAIER ACOSTA

Vicepresidenta y Decana Académica

ADELA M. ACOSTA MARCHETTI

Directora Departamento de Agroindustria Alimentaria

HUGO ZAVALA MEMBREÑO

Secretario General

Agradecimientos

A la Universidad Zamorano, la corporación Latin American Agribusiness Development (LAAD) y la fundación Feeding Tomorrow del Instituto de Tecnólogos de Alimentos (IFT), quienes aportaron con el financiamiento de mis estudios a lo largo de este trayecto.

Contenido

Agradecimientos	3
Contenido	4
Índice de Cuadros	6
Índice de Figuras	8
Índice de Anexos	9
Resumen	10
Abstract	11
Introducción.....	12
Materiales y Métodos.....	14
Localización del Estudio.....	14
Materia Prima	14
Fase 1. Caracterización Físicoquímica de la Materia Prima.....	14
Filtración de Aceite	15
Índice de Acidez (IA)	15
Índice de Yodo (IY)	16
Perfil de Ácidos Grasos (PAG)	16
Índice de Estabilidad Oxidativa (OSI)	17
Viscosidad Cinemática	17
Fase 2. Optimización de Parámetros Químicos del Biodiesel.....	17
Producción de Biodiesel.....	18
Rendimiento de Biodiesel	19
Fase 3. Optimización de Parámetros Físico y de Proceso del Biodiesel	20
Poder Calorífico	20
Diseño Experimental y Análisis Estadístico	20

	5
Resultados y Discusión.....	25
Fase 1. Caracterización de Aceite de Cocina Utilizado.....	25
Fase 2. Optimización de Parámetros Químicos del Biodiesel.....	29
Rendimiento de Biodiesel	29
Índice de Acidez (IA)	33
Índice de Estabilidad Oxidativa (OSI)	36
Función de Deseabilidad.....	39
Fase 3. Optimización de Parámetros Físico y de Proceso del Biodiesel	40
Rendimiento de Biodiesel	40
Poder Calorífico	43
Viscosidad Cinemática	46
Función de Deseabilidad.....	49
Determinación de Cumplimiento de Normas	50
Conclusiones.....	52
Recomendaciones.....	53
Referencias	54
Anexos	58

Índice de Cuadros

Cuadro 1 Equipos utilizados para elaboración de biodiesel y análisis aplicados.....	14
Cuadro 2 Condiciones del cromatógrafo de gases para el análisis de perfil de ácidos grasos.	16
Cuadro 3 Niveles codificados de las variables independientes en la Fase 2.	22
Cuadro 4 Niveles codificados de las variables independientes en la Fase 3.	22
Cuadro 5 Tratamientos establecidos para la Fase 2 por el método de superficie de respuesta con los niveles codificados y variables reales.....	23
Cuadro 6 Tratamientos establecidos para la Fase 3 por el método de superficie de respuesta con los niveles codificados y variables reales.....	24
Cuadro 7 Resultados de análisis realizados a las propiedades del aceite de cocina utilizado por seis horas.....	25
Cuadro 8 Principales ácidos grasos presentes en el aceite de cocina utilizado por seis horas.....	28
Cuadro 9 Efecto de las variables independientes de la Fase 2 sobre el rendimiento de biodiesel.	31
Cuadro 10 Estadígrafos del modelo de regresión polinomial de la Fase 2 para el rendimiento de biodiesel.	32
Cuadro 11 Efecto de las variables independientes de la Fase 2 sobre el índice de acidez (IA) del biodiesel.	34
Cuadro 12 Estadígrafos del modelo de regresión polinomial de la Fase 2 para el índice de acidez (IA) del biodiesel.....	35
Cuadro 13 Efecto de las variables independientes de la Fase 2 sobre el índice de estabilidad oxidativa (OSI) del biodiesel.	37
Cuadro 14 Estadígrafos del modelo de regresión polinomial de la fase 2 para índice de estabilidad oxidativa (OSI) del biodiesel.....	38
Cuadro 15 Efecto de las variables independientes de la Fase 3 sobre el rendimiento de biodiesel. ...	41

Cuadro 16 Estadígrafos del modelo de regresión polinomial de la Fase 3 para el rendimiento de biodiesel.	42
Cuadro 17 Efecto de las variables independientes de la Fase 3 sobre el poder calorífico del biodiesel.	44
Cuadro 18 Estadígrafos del modelo de regresión polinomial de la Fase 3 para el poder calorífico del biodiesel.	45
Cuadro 19 Efecto de las variables independientes de la Fase 3 sobre la viscosidad cinemática del biodiesel.	47
Cuadro 20 Estadígrafos del modelo de regresión polinomial de la Fase 3 para la viscosidad cinemática del biodiesel.....	48
Cuadro 21 Propiedades del tratamiento óptimo respecto a su cumplimiento con las normativas ASTM D6751 y DIN EN 14214:2017.....	51

Índice de Figuras

Figura 1 Flujo de proceso de la elaboración de biodiesel.	19
Figura 2 Efecto de las variables independientes de la Fase 2 sobre el rendimiento de biodiesel.	33
Figura 3 Efecto de las variables independientes de la Fase 2 sobre el índice de acidez (IA) del biodiesel.	36
Figura 4 Efecto de las variables independientes de la Fase 2 sobre el índice de estabilidad oxidativa (OSI) del biodiesel.	39
Figura 5 Valores óptimos de la función de deseabilidad en los parámetros químicos de la producción de biodiesel.....	40
Figura 6 Efecto de las variables independientes de la Fase 3 sobre el rendimiento de biodiesel.	43
Figura 7 Efecto de las variables independientes de la Fase 3 sobre el poder calorífico del biodiesel.	46
Figura 8 Efecto de las variables independientes de la Fase 3 sobre la viscosidad cinemática del biodiesel.	49
Figura 9 Valores óptimos de la función de deseabilidad en los parámetros físico y proceso de la producción de biodiesel.....	50

Índice de Anexos

Anexo A Requerimientos detallados para biodiesel según la normativa ASTM D6751.....	58
Anexo B Requerimientos detallados para biodiesel según la normativa DIN EN 14214:2017.	59

Resumen

Durante los últimos años, la industria de los combustibles está siendo atacada por sus principales operaciones a partir de la explotación de recursos naturales no renovables como el petróleo. Dado que el funcionamiento de la vida se basa en la energía, es necesario ampliar investigación en alternativas que contribuyan al crecimiento integral de las sociedades. Los biocombustibles, especialmente aquellos provenientes de aceites vegetales, están siendo estudiados a mayor profundidad por tratarse de una solución viable al creciente problema. El objetivo de este estudio fue producir biodiesel a partir de aceite de cocina utilizado y determinar la mejor combinación de hidróxido de potasio, metanol, temperatura y velocidad de agitación que optimice la producción del biocombustible y sus propiedades fisicoquímicas. Se utilizó la metodología de Superficie de Respuesta con un modelo rotacional y se definieron las variables independientes de: porcentaje de catalizador, proporción de alcohol con respecto al aceite, temperatura y velocidad de agitación. Por otro lado, las variables dependientes analizadas fueron rendimiento, índice de acidez, índice de estabilidad oxidativa, calorimetría y viscosidad cinemática. Se generaron tres regresiones matemáticas, definiendo todas de carácter predictivo. Luego de las dos optimizaciones realizadas, la combinación que optimizó la cantidad y calidad de biodiesel fue 1.3% de catalizador, relación molar 6:1 de alcohol:aceite, temperatura de 52.44 °C y velocidad de agitación a 300 rpm. Se recomienda realizar un estudio comparativo del uso de biodiesel optimizado frente al diesel convencional en motores de encendido por compresión.

Palabras clave: ácidos grasos insaturados, ácidos grasos metil-éster, catalizador, transesterificación, viscosidad.

Abstract

In recent years, the fuel industry has been under attack for its main operations based on the exploitation of non-renewable natural resources such as petroleum. Since the functioning of life is based on energy, it is necessary to expand research into alternatives that contribute to the integral growth of societies. Biofuels, especially those derived from vegetable oils, are being studied in greater depth as a viable solution to the growing problem. The objective of this study was to produce biodiesel from used cooking oil and to determine the best combination of potassium hydroxide, methanol, temperature, and agitation speed to optimize the production of the biofuel and its physicochemical properties. The Response Surface methodology was used with a rotational model and the following independent variables were defined: percentage of catalyst, alcohol to oil ratio, temperature, and agitation speed. On the other hand, the dependent variables analyzed were yield, acidity index, oxidative stability index, calorimetry, and kinematic viscosity. Three mathematical regressions were generated, all of which were defined as predictive. After the two optimizations performed, the combination that optimized the quantity and quality of biodiesel was 1.3% catalyst, 6:1 molar ratio of alcohol:oil, temperature of 52.44 °C and agitation speed at 300 rpm. It is recommended to perform a comparative study of the use of optimized biodiesel versus conventional diesel in compression ignition engines.

Keywords: catalyst, methyl-ester fatty acids, transesterification, unsaturated fatty acids, viscosity.

Introducción

La energía es motor de vida en la humanidad, importante para el avance y desarrollo global de las comunidades, por lo que es necesario cuidarla y hacer de ella un recurso de posible acceso. Marzo (2014), evidencia que el crecimiento poblacional y factores relacionados a este, inciden en el alza de la demanda energética mundial requiriendo combustibles para un fin individual, industrial o comercial. Para el funcionamiento de lo mencionado, se da uso a los combustibles fósiles. Estos, al agotarse generarán un ascendente impacto ambiental, por lo que actualmente se están buscando alternativas a esta fuente de energía.

La American Society for Testing and Materials (2008), ASTM por sus siglas en inglés, define al biodiesel como un combustible compuesto de ésteres mono-alcalinos de ácidos grasos de cadenas largas, derivados de aceites vegetales o grasas animales. Este producto debe cumplir los requerimientos de la ASTM D 6751 para identificarse de manera oficial como biodiesel o también denominado B100 debido a su composición sin mezcla con diésel convencional.

En el presente, el biocombustible se ha tomado como blanco de investigación para valorarse en vista de su cualidad biodegradable, fuente de energía renovable y considerable ayuda en reducción de emisiones de gases de efecto invernadero. Los aceites vegetales han recibido la mayor atención y consideración para su desarrollo como una opción de combustible para un ambiente más limpio (Prasutiyon y Zuhdi 2020). Además, el biodiesel a partir de este material tiene propiedades tales como viscosidad cinemática, densidad, poder calorífico e índice de cetano cerca del diésel, lo cual convierte este medio el más adecuado para motores de encendido por compresión (Rajesh et al. 2021).

Peng et al. (2018), mencionan que uno de los principales impedimentos para la comercialización del biodiesel a partir de aceite vegetal, es el alto costo de producción de la materia prima. La soya, ejemplo de cultivo energético, es un grano oleaginoso de alta producción a nivel mundial debido a su aprovechamiento en proteína y extracción de aceite. Es por esto que Hilbert et

al. (2012), demuestran en un estudio contextual, que su producción se encuentra más enfocada en satisfacer la seguridad alimentaria frente a la energética.

La tendencia en la investigación del biocombustible es producirlo a un menor costo que el diésel de petróleo (Poudel et al. 2017), lo cual se puede lograr utilizando aceite de cocina usado, menos oneroso que el aceite comestible, y a la vez optimizando los parámetros del proceso (Nnamani et al. 2020). Por consiguiente, lo ideal en el ámbito experimental es producir biodiesel a partir de aceite vegetal proveniente de uso en cocina, pues como menciona Bhadana y Tyagi (2019), es una de las vías a utilizar la materia de una manera eficiente y económica. Asimismo, la cantidad de aceite de cocina usado generado anualmente por cualquier país es cuantioso, ejemplo de ello es que Europa, Estados Unidos y China desechan entre 0.7 y 10 millones de toneladas al año (Kalam et al. 2011).

Aunque se conozca la solución a la problemática, es esencial continuar una experimentación focalizada en maximizar la extracción de biodiesel reduciendo el uso de materia prima y los costos del procesamiento. En vista a ello, Refaat et al. (2008), aseguran que a través de la optimización de las variables del proceso que afectan la obtención y pureza del biodiesel, es posible alcanzar condiciones ideales de transesterificación que produzcan el máximo rendimiento de este producto.

En consecuencia, este estudio evalúa las principales propiedades fisicoquímicas del biodiesel elaborado con aceite de cocina usado, las cuales determinaron los parámetros para una optimización de proceso y recursos. Por tanto, los objetivos de esta investigación fueron: Establecer los parámetros fisicoquímicos y de proceso que optimicen la producción de biodiesel a partir de aceite de cocina utilizado, realizar análisis fisicoquímicos a la materia prima conforme a los métodos oficiales de la AOCS, optimizar los parámetros químicos (porcentaje de catalizador y relación molar alcohol:aceite), físico (temperatura) y de proceso (velocidad de agitación) en la tasa de conversión de triglicéridos a metil-ésteres (biodiesel) y sus propiedades fisicoquímicas analizadas, y determinar si el tratamiento con la formulación del biodiesel óptimo cumple con las normas de calidad ASTM D6751 y DIN EN 14214:2017.

Materiales y Métodos

Localización del Estudio

La recolección de materia prima utilizada fue proveniente del comedor estudiantil Doris Stone de la Universidad Zamorano y el estudio experimental se llevó a cabo en el Laboratorio de Análisis de Alimentos de Zamorano (LAAZ), ambos ubicados en el Valle del Yeguaré, departamento de Francisco Morazán, a 30 km al Este la ciudad de Tegucigalpa, Honduras.

Materia Prima

Para este estudio se empleó aceite de soya utilizado o de descarte marca Marina con características de uso durante 6 horas específicamente para frituras de papa, plátano y tortilla. Para la producción de biodiesel se emplearon los reactivos de KOH como catalizador y metanol como enlazante para la reacción, además en el Cuadro 1 se mencionan los distintos equipos para tanto la elaboración del producto como los análisis aplicados.

Cuadro 1

Equipos utilizados para elaboración de biodiesel y análisis aplicados.

Equipo	Marca/Modelo
Balanza analítica	OHAUS ADVENTURER
Estufa agitadora	THERMO Scientific
Potenciómetro	OHAUS Starter 3100
Horno de convección	FISHER Scientific
Viscosímetro capilar	CANNON Y39-75
Rancimat	METROHM 873
Cromatógrafo de gases	AGILENT 6890
Calorímetro	PARR 6100

La investigación se desarrolló en tres fases experimentales, las cuales se enumeran y explican a continuación:

Fase 1. Caracterización Físicoquímica de la Materia Prima

La recolección del aceite de cocina utilizado se realizó en una sola fecha, donde ya se conocía su procedencia de uso en carbohidratos. Una muestra aleatoria de la materia prima fue analizada de

acuerdo con los métodos oficiales de la AOCS (American Oil Chemistry Society). Previo a ello, el aceite se sometió a un proceso de filtración, el cual se le aplicó por triplicado cinco análisis distintos para determinar si la calidad del aceite era apta para el proceso de transesterificación; cumpliendo de esta manera el primer objetivo específico del estudio. Los análisis realizados fueron: índice de acidez (mg KOH/g), índice de yodo ($I_2/100$ g), perfil de ácidos grasos (%), índice de estabilidad oxidativa (h) y viscosidad cinemática (mm^2/s).

Filtración de Aceite

Este proceso se realizó luego del recibo de la materia prima. Se utilizó una bomba al vacío, matraz Kitasato, embudo Büchner, filtros de café y todo el aceite de cocina utilizado. El propósito de realizar este procedimiento fue separar los restos de alimentos que el aceite contuvo, así como impurezas que posteriormente pudieron interferir la ejecución de los análisis.

Índice de Acidez (IA)

Este análisis se realizó mediante el método AOCS Cd 3d-63, el cual expresa la cantidad de miligramos de hidróxido de potasio (KOH) necesarios para neutralizar los ácidos grasos libres en un gramo de muestra de aceite, lo cual se utiliza para cuantificar la acidez de la sustancia dada por la oxidación. El proceso se realizó mediante una titulación con solución de KOH metanólico al 0.1 M y el volumen en mililitros utilizado se introdujo a la Ecuación 1.

$$IA \text{ (mg KOH/g)} = \frac{(A-B) \times M \times 56.1}{W} \quad [1]$$

Donde:

A = volumen de KOH en titulación de muestra expresado en mililitros.

B = volumen de KOH en titulación de blanco expresado en mililitros.

M = molaridad de solución KOH.

56.1 = equivalentes de KOH.

W = peso de la muestra expresado en gramos.

Índice de Yodo (IY)

Es una medida de la insaturación de grasas y aceites que se expresa en términos de cantidad en gramos de yodo absorbidos por 100 gramos de muestra ($\text{g I}_2/100 \text{ g}$). Para efectos de la experimentación, este parámetro se calculó a partir del perfil de composición de ácidos grasos determinado por cromatografía de gases AOCS Ce 1j-07.

Perfil de Ácidos Grasos (PAG)

Se utilizó el método oficial AOCS Ce 2-66, el cual proporcionó un medio para preparar ésteres metílicos de ácidos grasos de cadena larga. Luego, este método se inyectó para ejecutar un análisis por cromatografía de gases (CG) de acuerdo con el método AOCS Ce 1j-07, para finalmente obtener la determinación de la composición de ácidos grasos del aceite. Se utilizó un cromatógrafo de gases Agilent modelo 6890, en conjunto con el software ChemStation e hidrógeno como gas acarreador. Los parámetros para cada condición referente al cromatógrafo de gases se muestran en el Cuadro 2 y sus resultados se reportaron en porcentajes de ácidos grasos.

Cuadro 2

Condiciones del cromatógrafo de gases para el análisis de perfil de ácidos grasos.

Módulos	Parámetros
Gases	Hidrógeno
Columna	SP – 2560 250°C 100 m × 250 μm × 0.25 μm Temperatura inicial 180 °C, tiempo 32 min
Horno	Temperatura final 250 °C, tiempo 31 min Velocidad de calentamiento 20 °C/min Temperatura 325 °C
Detector (FID)	Presión de aire 450 mL/min Presión de hidrógeno 40.0 mL/min Gas make up (nitrógeno): 46 mL/min Temperatura 235 °C
Inyector (Split)	Split radio 1:100.0 Velocidad lineal 39 cm/seg
Duración del método	65 min
Volumen de inyección	1.0 μL

Índice de Estabilidad Oxidativa (OSI)

Llamado de esta manera por sus siglas en inglés (Oxidative Stability Index). La prueba se realizó en un equipo llamado Rancimat marca Metrohm modelo 873 para Biodiesel y utilizando el método oficial AOCS Cd 12b-92. Con este equipo, se determinó la resistencia a la oxidación de la muestra mientras se le aplica alta temperatura (110 °C) y una corriente constante de oxígeno (20 L/h). A medida que se dio el proceso de enranciamiento, los sensores detectaron la conductividad eléctrica producida por los ácidos volátiles en los tubos de reacción y expresaron los resultados en horas de inducción a oxidación (Moreira Santos, 2012).

Viscosidad Cinemática

Para este análisis se utilizó un viscosímetro capilar (Cannon-Fenske Opaque Viscometer, Cannon™ 9721F56) a una temperatura de 40 °C, ya que las normas de la American Society of Testing and Materials (ASTM) describen procedimientos experimentales para el uso de este equipo, específicamente el método referente a este análisis es el de ASTM D445. La viscosidad es un factor importante en la materia prima, dado que esta característica es transmisible a los productos que se obtengan de su uso (Nani Guarieiro et al. 2008). Este parámetro se obtuvo luego de tomar el tiempo de salida del fluido que ha pasado por el primer bulbo del equipo y se expresaron los resultados en las unidades de mm²/s luego de utilizar estos datos en la Ecuación 2.

$$VC \text{ (mm}^2/\text{s)} = T * 0.009118 \text{ mm}^2/\text{s}^2 \quad [2]$$

Donde:

VC = Viscosidad capilar expresada en mm²/s.

T = Tiempo de salida expresado en segundos.

0.009118 mm²/s² = Constante de calibración a 40 °C para el primer bulbo.

Fase 2. Optimización de Parámetros Químicos del Biodiesel

En esta fase se ensayó por triplicado los parámetros químicos durante el proceso de síntesis de biodiesel a partir del aceite reciclado, específicamente el porcentaje utilizado del catalizador (KOH)

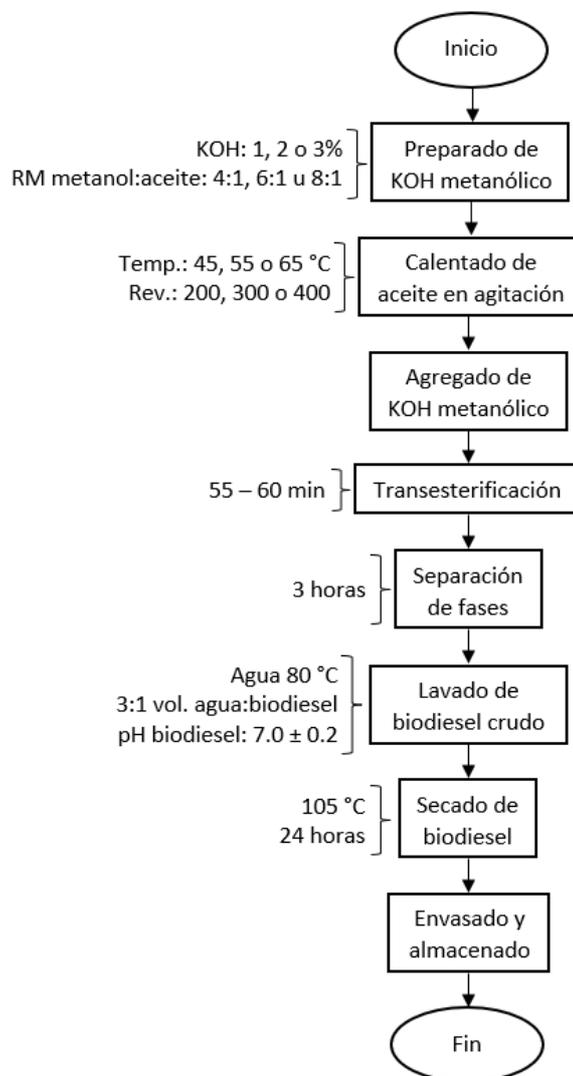
y la relación molar de volumen de alcohol respecto al volumen de aceite utilizado en el procesamiento. Esta etapa evaluó las siguientes variables dependientes: mayor conversión de aceite en biodiesel (% FAMES, por sus siglas en inglés), mayor índice de estabilidad oxidativa (h) y menor índice de acidez (mg KOH/g). Dado ello, se obtuvo un primer tratamiento optimizado para el cual sus parámetros químicos serán seleccionados para aplicarse en la tercera etapa de la investigación.

Producción de Biodiesel

Este proceso se siguió mediante la metodología de Zhang et al. (2003) y se describe en un flujograma diagramado en la Figura 1. Para esta segunda fase, por cada unidad experimental, utilizando una estufa agitadora, se calentó 1 L de aceite en constante agitación a 300 rpm elevando su temperatura en el reactor a 55 °C. Se agregó como catalizador KOH metanólico, variando su concentración (1, 2 o 3%) y la relación molar alcohol:aceite (4:1, 6:1 u 8:1) de acuerdo con la distribución de los tratamientos mostrados en el Cuadro 3. Se mantuvo la agitación mientras se ajustó el calentamiento nuevamente a 55 °C y se conservó la reacción a esa temperatura durante 55 - 60 minutos. Luego del tiempo transcurrido, lo obtenido se dejó enfriar en un embudo de separación durante 3 horas, lo cual permitió la decantación de las dos fases (FAMES y glicerina). Una vez dada la separación, se lavó la fase liviana (biodiesel crudo) con agua destilada a 80 °C, se realizaron de 5 a 7 lavados con una relación de agua 3:1 con respecto al volumen del biodiesel, hasta que este llegó a un pH de 7.0 ± 0.2 . Se decantó el biodiesel para desechar el agua de lavado y se llevó al horno de convección a 105 °C por 24 horas, con el fin de evaporar por completo el pequeño porcentaje de agua residual presente en el biodiesel obtenido. Finalmente, el producto se envasó y almacenó en un ambiente fresco para su posterior análisis.

Figura 1

Flujo de proceso de la elaboración de biodiesel.



Rendimiento de Biodiesel

La conversión de aceite a FAMES o biodiesel crudo se obtuvo mediante el cálculo de relación de la masa de este con la del aceite utilizado en la reacción, se consideró en la Ecuación 3 insertar la masa de ambos para representar el rendimiento de cada tratamiento en unidad de porcentaje.

$$RB (\%) = \frac{M_B \times 100}{M_A} \quad [3]$$

Donde:

RB = Rendimiento biodiesel expresado en porcentaje

M_B = Masa de biodiesel expresada en gramos

M_A = Masa de aceite expresada en gramos

Fase 3. Optimización de Parámetros Físico y de Proceso del Biodiesel

En la última fase de este estudio se tomaron los parámetros químicos del mejor tratamiento obtenido en la segunda fase, variando por triplicado el factor físico de temperatura de calentamiento (°C) y el factor de proceso de velocidad de agitación del aceite (rpm). Esta etapa evaluó las siguientes variables dependientes: mayor conversión de FAMES (%), mayor poder calorífico (cal/g) y menor viscosidad cinemática (mm²/s²).

Poder Calorífico

Se determinó mediante un calorímetro de bomba de oxígeno, haciendo uso de gas oxígeno presurizado y una unidad de ignición que aumentó la temperatura del medio aplicado. El resultado se expresó como la diferencia entre las temperaturas final e inicial de la reacción de combustión en unidades de cal/g.

Diseño Experimental y Análisis Estadístico

Para el estudio se utilizó un experimento factorial completo 2^k estadísticamente delineado con una metodología de Superficie de Respuesta y Diseño de Composición Central Rotacional de segundo orden (DCCR). Para la segunda fase se evaluó el efecto combinado del porcentaje de catalizador y relación molar alcohol:aceite; en la tercera fase se evaluó el efecto combinado de temperatura aplicada y velocidad de agitación del proceso. Para obtener el ajuste del modelo, se determinaron tres niveles para las variables independientes (-1, 0, +1), los cuales fueron calculados por la Ecuación 4.

$$X_i = \frac{x_i \times Z}{\Delta x_i} \quad [4]$$

Donde:

X_i = Valor real de la variable.

x_i = Valor codificado de la variable.

Z = Valor real de la variable en el punto central.

Δx_i = Intervalo de la variable x_1 .

Para efectos sobre delimitación, se marcaron los puntos axiales $-\alpha$ y $+\alpha$, donde la cantidad dependió del número factorial ($F=2^k$), donde k representó el número de variables independientes ($k=2$), los puntos axiales fueron definidos por la Ecuación 5. Además, el número de unidades experimentales (UE) para el diseño experimental fue un diseño factorial completo calculado mediante la Ecuación 6.

$$\pm\alpha = F^{1/4} = (2^k)^{1/4} = 4^{1/4} = 1.414 \quad [5]$$

$$n = 2^k + 2k + m \quad [6]$$

Donde:

2^k = número de puntos factoriales.

$2k$ = número de puntos axiales.

m = número de réplicas del punto central.

Estas fórmulas se aplicaron en las dos últimas fases de la experimentación, teniendo en cada una el resultado de 42 UE puesto que se realizó cada tratamiento por triplicado. Los rangos elegidos de las variables fueron dados mediante pruebas preliminares y revisión de literatura, lo cual permitió obtener resultados experimentales. El modelo empleado logró describir el comportamiento de la interacción entre la variable dependiente o respuesta (Y_i) y las variables independientes (X_k). El valor de la respuesta fue evaluado según los niveles que la codificación mostró en las combinaciones y cada respuesta se ajustó en un modelo de regresión con las variables que son mostradas en la Ecuación 7.

$$Y_i = (\beta_0 + \beta_1 X_1 + \beta_2 X_2 + \beta_{12} X_1 X_2 + \beta_{11} X_1^2 + \beta_{22} X_2^2 + \varepsilon) \quad [7]$$

Donde:

Y_1 = Función respuesta.

β_0 = Coeficiente del intercepto con el eje Y.

X_1 y X_2 = Valores de las variables independientes.

β_1 y β_2 = Coeficientes lineales estimados por el mínimo cuadrado.

β_{11} y β_{22} = Coeficientes para variables cuadráticas.

β_{12} = Coeficiente de interacción entre variables independientes.

ε = Error experimental.

En los Cuadros 3 y 4 se muestran las codificaciones (-1, 0, +1) de las variables independientes para cada una de las últimas dos fases del estudio respectivamente, incluyendo los puntos axiales (- α y + α) calculados específicamente para esta investigación.

Cuadro 3

Niveles codificados de las variables independientes en la Fase 2.

Variables	Niveles				
	- α	-1	0	1	+ α
% Catalizador	0.6	1.0	2.0	3.0	3.4
Relación molar alcohol:aceite	3.2	4.0	6.0	8.0	8.8

Nota. α : Valores axiales del estudio (1.414).

Cuadro 4

Niveles codificados de las variables independientes en la Fase 3.

Variables	Niveles				
	- α	-1	0	1	+ α
Temperatura (°C)	43	45	55	65	71
Velocidad de agitación (rpm)	159	200	300	400	441

Nota. α : Valores axiales del estudio (1.414).

En los Cuadros 5 y 6 se muestran los tratamientos establecidos para la experimentación de las últimas dos fases de la investigación, siguiendo los niveles codificados y niveles reales de variables.

Cuadro 5

Tratamientos establecidos para la Fase 2 por el método de superficie de respuesta con los niveles codificados y variables reales.

Tratamientos	Niveles codificados		Niveles reales	
	%Catalizador	Relación molar (alcohol:aceite)	%Catalizador	Relación molar (alcohol:aceite)
1	-1	-1	1	4
2	-1	1	1	8
3	1	-1	3	4
4	1	1	3	8
5	-1.41	0	0.6	6
6	1.41	0	3.4	6
7	0	-1.41	2	3.2
8	0	1.41	2	8.8
9 ©	0	0	2	6
10 ©	0	0	2	6
11 ©	0	0	2	6
12 ©	0	0	2	6
13 ©	0	0	2	6
14 ©	0	0	2	6

Nota. ©: Punto central del experimento.

Cuadro 6

Tratamientos establecidos para la Fase 3 por el método de superficie de respuesta con los niveles codificados y variables reales.

Tratamientos	Niveles codificados		Niveles reales	
	Temperatura (°C)	Velocidad de agitación (rpm)	Temperatura (°C)	Velocidad de agitación (rpm)
1	-1	-1	45	200
2	-1	1	45	400
3	1	-1	65	200
4	1	1	65	400
5	-1.41	0	42.9	300
6	1.41	0	71.2	300
7	0	-1.41	50	158.6
8	0	1.41	50	441.4
9 ©	0	0	50	300
10 ©	0	0	50	300
11 ©	0	0	50	300
12 ©	0	0	50	300
13 ©	0	0	50	300
14 ©	0	0	50	300

Nota. ©: Punto central del experimento.

Se utilizó el programa Statistica 7 para el análisis estadístico de la Superficie de Respuesta, con el mismo se realizó el análisis de varianza mediante ANDEVA con un nivel de significancia del 5% y se determinó el tratamiento óptimo. La significancia del modelo propuesto se definió como predictivo o tendencioso, ambos evaluando las respuestas ajustadas a un modelo lineal utilizando un R^2 mayor a 0.70 para determinar la presencia de diferencias significativas y un R^2 menor a 0.70 para considerar la ausencia de estas (Rodrigues y Lemma, 2015).

Resultados y Discusión

Fase 1. Caracterización de Aceite de Cocina Utilizado

Según el Codex Committee on Fats and Oils (2009), los aceites vegetales comestibles son productos alimenticios constituidos principalmente por glicéridos de ácidos grasos obtenidos únicamente de fuentes vegetales. El aceite de cocina es un subproducto calificado como desecho de la industria de los alimentos y usualmente proveniente de un primer uso en frituras. Las características propias de cada aceite difieren con respecto a su origen, procesos y condiciones a las que ha estado expuesta. Juárez Sammán (2007), describen en su estudio que los aceites usados en fritura pueden ser afectados por el período de almacenamiento, período de fritura y las reacciones que se dan en ambas etapas. El deterioro de este producto se ve reflejado en el cambio de sus características fisicoquímicas y composición estructural. La importancia de realizar análisis fisicoquímicos al aceite recae en que sus propiedades son transmitibles hacia los productos derivados de esta materia prima. En los Cuadros 7 y 8 se presentan los resultados de seleccionados análisis aplicados al aceite de cocina recolectado.

Cuadro 7

Resultados de análisis realizados a las propiedades del aceite de cocina utilizado por seis horas.

Propiedad	Media \pm D.E.	C.V. (%)
Índice de acidez (mg KOH/g)	0.27 \pm 0.02	6.17
Valor de yodo (g I ² /100 g)	115.99 \pm 2.56	2.20
Índice de estabilidad oxidativa (h)	4.92 \pm 0.03	0.70
Viscosidad cinemática (mm ² /s)	53.06 \pm 2.13	4.02

Nota. C.V.: Coeficiente de Variación. D.E.: Desviación Estándar

El índice de acidez es un signo del contenido de ácidos grasos libres en los aceites. El aceite de soya tiene un proceso de almacenamiento a largo plazo, sin embargo, los microbios, las enzimas y el efecto térmico aceleran la hidrólisis generando ácidos grasos libres (Hao et al. 2014). Este a su vez, ha pasado por el proceso de fritura, donde el agua del alimento en contacto con las altas temperaturas se libera en forma de vapor y este reacciona produciéndose nuevamente hidrólisis. Para efectos del experimento se necesita que el aceite evaluado tenga un índice de acidez bajo, ya que este dato

representa los ácidos grasos que no forman parte de un triglicérido y un alto contenido de ellos disminuyen las reacciones de transesterificación posibles.

Las unidades que representan el índice de acidez fueron mg KOH por gramo de muestra analizada, lo cual establece la cantidad de KOH necesaria para neutralizar los ácidos grasos libres (AGL). A medida que este valor incrementa, también lo hará la cantidad de AGL presentes en el aceite. La media obtenida de este parámetro fue de 0.27 mg KOH/g, un resultado favorable y no excedente al límite de 0.6 mg KOH/g estipulado por el OMS (2021) en la norma para aceites vegetales especificados.

El valor de yodo es útil para la cuantificación de insaturaciones de las grasas y aceites. Se obtiene a partir de conocer la composición de ácidos grasos que tenga el material y un factor derivado de una relación de su peso molecular con el del yodo (I_2). El aceite de soya naturalmente está formado en su mayoría por ácidos grasos insaturados como el oleico, linoleico y α -linolénico, los cuales tienen una mayor susceptibilidad a la oxidación debido a que contienen sitios reactivos para la iniciación de esta reacción (Esquivel Ramírez et al. 2014). Por otro lado, factores como el almacenamiento, las altas temperaturas durante la fritura y el contacto con el oxígeno influyen en la degradación de las insaturaciones.

Las unidades que cuentan la respuesta son g I_2 por cada 100 gramos de aceite, que es la cantidad de yodo molecular necesario para fijar la cantidad mencionada de la muestra. La media reflejada en el Cuadro 6 fue de 115.99 g I_2 /100 g, una respuesta poco inferior al rango de 124-139 g I_2 /100 g expresado en el programa de aceites y grasas del World Food Program (2022).

Se reconoce que a mayor valor de yodo se obtenga significará una alta composición de ácidos grasos insaturados, los cuales son propensos a deteriorarse por los procesos mencionados y emanar olores característicos a la rancidez de lípidos (Guerrero et al. 2011). Por otro lado, se esperaba que el valor de yodo obtenido en el análisis sea bajo, puesto que, a pesar de la naturaleza del aceite, este fue

sometido a la fritura, lo que confirma la exposición a procesos de oxidación y polimerización a una gran velocidad, disminuyendo de esta manera el valor de yodo.

El índice de estabilidad oxidativa (OSI) es un parámetro dentro de los aceites para determinar el tiempo máximo durante el cual este resiste a los cambios fisicoquímicos producidos por la interacción con medio que se encuentra expuesto durante su almacenamiento y manipulación (Villanueva López et al. 2013). Asimismo, otra influencia directa en este factor es relacionado al perfil de ácidos grasos, dado que el tamaño de la cadena y la presencia de insaturaciones condicionan al material con menor tiempo de inducción.

El valor obtenido se creía que estaría por debajo del rango normal, ya que el fluido ha estado expuesto a condiciones oxidativas previo a su análisis, esto sumado a la propia estructura poliinsaturada del aceite que favorece a esta reacción. Ello quiere decir que mientras el valor del OSI suba significará que tendrá una mayor resistencia a oxidarse y con ello una degradación menos acelerada.

En el Cuadro 7 se expresa la media obtenida de 4.92 horas de inducción para el aceite recolectado. Este resultado es bajo en comparación con las 8 h mínimas establecidas en la norma DIN EN 14214:2017, pero superior a las frente a las 3 horas que propone la norma ASTM D6751. Cabe recalcar que el resultado de OSI debería ir de la mano con lo observado en el perfil de ácidos grasos, condición observada en este estudio, lo que determina un bajo conteo de insaturaciones para un bajo tiempo de inducción aplicado a la muestra.

En referencia a la viscosidad cinemática del aceite, esta se define como la medida de la resistencia que posee un fluido para fluir solo con la fuerza gravitacional, en un aceite este se viene nuevamente condicionado bajo su estructura, ya que mientras cuente con más insaturaciones, menos viscoso será el fluido. Sin embargo, la temperatura de la fritura realizada con la materia prima da paso a polimerizaciones, las cuales están de la mano con la viscosidad por su formación de cadenas de

ácidos grasos más largas y otros compuestos que afectan directamente a este parámetro físico (Rojas Uribe y Narváez Rincón 2011).

Como se mencionó anteriormente, la experimentación involucró altas temperaturas y con ello aumentó la viscosidad cinemática, adicionalmente se atribuyen a los ácidos grasos saturados los niveles de viscosidad sobre los límites. En este estudio se necesitó que el valor de este criterio sea lo más bajo posible, ya que esto sería transmisible al biodiesel y el cual se debe evitar que tenga un alto coeficiente de viscosidad por su gran tendencia a ocasionar daños en el motor (Georgescu et al. 2019).

Según lo mostrado en el Cuadro 7, se obtuvo una media de 53.06 mm²/s para la viscosidad del aceite, este se encuentra bastante bajo en comparación con el obtenido por Rahadianti et al. (2018), quien tuvo en aceite de soya una viscosidad cinemática a 40 °C de 93 mm²/s. Para el presente estudio es de gran importancia obtener un resultado favorable en la materia prima, pues posteriormente también se ve reflejado en la calidad del biodiesel obtenido a partir de este aceite.

Cuadro 8

Principales ácidos grasos presentes en el aceite de cocina utilizado por seis horas.

Perfil de ácidos grasos	Media (g/100 g) ± D.E.	C.V. (%)
C16:0	14.24 ± 2.08	14.63
C18:0	7.48 ± 1.25	16.69
C18:1n9c cis-9	26.35 ± 3.40	12.92
C18:2n6 cis-9,12	46.37 ± 2.54	5.55
C18:3n3 cis-9,12,15	5.39 ± 1.29	23.99
∑Ácidos grasos saturados	21.71 ± 2.50	11.51
∑Ácidos grasos monoinsaturados	26.35 ± 3.40	12.92
∑Ácidos grasos poliinsaturados	51.94 ± 3.35	6.46

Nota. D.E.: Desviación Estándar. C.V.: Coeficiente de Variación. C16:0: Ácido palmítico. C18:0: Ácido esteárico. C18:1n9c cis-9: Ácido oleico.

C18:2n6 cis-9,12: Ácido linoleico. C18:3n3 cis-9,12,15: Ácido linolénico.

Los ácidos grasos presentes en un aceite no solo demuestran su estructura interna, sino además se traduce en las propiedades físicas y químicas que adquiere el fluido. Adicionalmente, conocer la composición del aceite a utilizar como materia prima en biodiesel recae en gran importancia para determinar la relación molar de alcohol:aceite necesario para realizar el proceso de transesterificación de manera eficiente.

Los resultados obtenidos coinciden rotundamente con Santo Filho et al. (2012) y Pinales (2021), quienes en sus estudios de perfil de ácidos grasos realizados a aceites de soya presentan principalmente palmítico (C16:0), esteárico (C18:0), oleico (C18:1), linoleico (C18:2) y linolénico (C18:3). Del mismo modo, está principalmente compuesto por ácidos grasos insaturados, los cuales favorecen en el comportamiento viscoso de la materia, pero afectan en los procesos de oxidación debido a que los sitios de acción se encuentran en los dobles enlaces. Ștefănescu (2002) menciona que aún se está en búsqueda para encontrar una materia prima que satisfaga ambas necesidades en las propiedades de reducir viscosidad y reducir oxidación a su vez.

Los resultados del Cuadro 8 evidencian en el aceite su contenido de C16:0 en 14.24%, C18:0 en 7.48%, C18:1 ω 9 en 26.35%, C18:2 ω 6 en 46.37%, C18:3 ω 3 en 5.39% y la diferencia del porcentaje restante otros ácidos grasos como los trans y otros en menor valor. Las cantidades de estos lípidos son proporcionales a los hallazgos del estudio químico de aceite de soya realizado por Lafont et al. (2014). De esta manera, se agruparon las cadenas según su forma y contabilizaron con el fin de obtener un mejor entendimiento de acuerdo con su relación a las propiedades expresadas en el aceite.

Fase 2. Optimización de Parámetros Químicos del Biodiesel

Rendimiento de Biodiesel

El biodiesel se obtuvo a partir del proceso de transesterificación alcalina, proceso en el cual los triglicéridos que conforman el aceite son catalizados mediante KOH metanólico, liberando glicerol y ácidos grasos, estos últimos mediante un enlace metiléster se unen a una molécula de metanol formando los FAMES, principales moléculas componentes del biocombustible. Se utilizó el método planteado por Murcia Ordoñez (2013), quienes calculan el rendimiento en relación con el volumen de aceite utilizado y la fase liviana obtenida luego de la reacción. Alfonso Alvarez (2013), declara que sí existen efectos de los componentes químicos de la reacción en la cantidad de biodiesel obtenido, por lo que, en esta segunda fase experimental, se estudió el porcentaje de biodiesel obtenido de cada

tratamiento dependiendo del porcentaje de catalizador y relación molar del alcohol:aceite utilizado para la producción.

A nivel de laboratorio e industria, se conocen distintas combinaciones de los parámetros químicos, sin embargo, es importante saber cuál es el rendimiento del producto, pues siempre puede entrar en mejora un proceso que no trabaja eficientemente, optimizando esto en tiempo, materia, productividad y traduciéndose todo a reducción de costos (Riba et al. 2010).

En el Cuadro 9 se observa el efecto de las variables sobre la conversión de FAMEs. Los Tratamientos 1 y 2, con los menores porcentajes de catalizador, fueron los que expresaron mayor rendimiento y viceversa, estos resultados son bastante similares con los obtenidos por Lopez et al. (2015), en un estudio de obtención de biodiesel a partir de aceite de cocina usado. El autor explica que a medida se aumente el contenido de KOH en la reacción, significará una mayor disponibilidad para los ácidos grasos libres de formar jabones debido a su afinidad, por lo que el rendimiento de obtención de biodiesel no será el mejor con estos tratamientos. Además, se refleja que para la cantidad de metanol utilizado también existe una relación, en este caso directamente proporcional, debido a que según Zhang et al. (2003), el aumento de la relación molar del aceite y alcohol utilizado en la reacción es favorable, pues existirán más moléculas de metanol disponibles para completar la transesterificación.

Cuadro 9

Efecto de las variables independientes de la Fase 2 sobre el rendimiento de biodiesel.

Tratamientos	% Catalizador	Relación molar (alcohol:aceite)	Rendimiento (%) ± D.E.	C.V. (%)
1	1.0	4:1	98.7 ± 0.21	0.21
2	1.0	8:1	96.7 ± 0.20	0.21
3	3.0	4:1	62.1 ± 0.35	0.57
4	3.0	8:1	84.3 ± 0.32	0.38
5	0.6	6:1	96.1 ± 0.25	0.26
6	3.4	6:1	78.2 ± 0.15	0.20
7	2.0	3.2:1	93.4 ± 0.30	0.32
8	2.0	8.8:1	93.4 ± 0.15	0.16
9 ©	2.0	6:1	97.7 ± 0.26	0.26
10 ©	2.0	6:1	97.4 ± 0.26	0.26
11 ©	2.0	6:1	97.8 ± 0.26	0.26
12 ©	2.0	6:1	97.1 ± 0.26	0.26
13 ©	2.0	6:1	97.7 ± 0.26	0.26
14 ©	2.0	6:1	97.5 ± 0.26	0.26
% Coeficiente de variación (C.V.)			11.34%	

Nota. ©: Punto central del experimento. D.E.: Desviación Estándar.

Para la obtención de los resultados del Cuadro 10 se aplicó un modelo de segundo orden de términos lineales y cuadráticos de los efectos principales (porcentaje de catalizador y relación molar) y sus interacciones. Las variables de porcentaje de catalizador presentaron diferencias estadísticamente significativas ($P \leq 0.05$), lo que demuestra en la modelación un efecto que, al aumentar el porcentaje de catalizador en los tratamientos, disminuyó el rendimiento. Además, las variables de relación molar alcohol:aceite también presentaron un valor P menor a 0.05, lo que determina el efecto de este parámetro en la obtención de biodiesel, ya que se obtuvo más conversión a mayor relación molar alcohol:aceite tuvieron los tratamientos.

Cuadro 10

Estadígrafos del modelo de regresión polinomial de la Fase 2 para el rendimiento de biodiesel.

Variable	Coefficientes de Regresión	Valor P
Intercepto	89.1686	0.00000001*
X ₁	-1.54466	0.038579361*
X ₁ ²	-6.50426	0.000000014*
X ₂	5.15109	0.000016875*
X ₂ ²	-0.82887	0.000000391*
X ₁ X ₂	3.03625	0.000000082*
R ²		0.89

Nota. * Presenta diferencias significativas en el modelo (P<0.05). ^{ns}: No significativo. R²: Coeficiente de determinación. X₁: % Catalizador.

X₂: Relación molar alcohol:aceite.

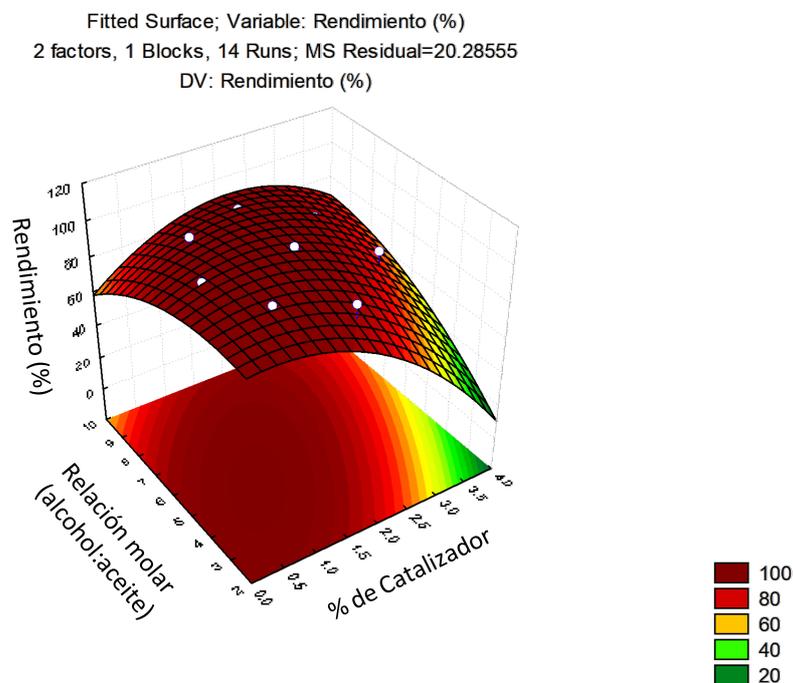
En el Cuadro 10 se observa que la interacción entre ambas variables fue significativa con un P ≤ 0.05, lo que demuestra que la variación en el valor de una de las dos variables sí afecta en los valores de la otra. El coeficiente de regresión obtenido fue de 0.89, indicando que 89% de los datos se ajustaron al modelo y 11% no se acoplaron a este análisis. Dado esto, se reconoce también que al ser un R² mayor a 0.7, se puede presentar este modelo con un comportamiento predictivo.

De acuerdo con las variables independientes significativas se logró determinar el modelo polinomial expresado en la Ecuación 8 y graficado en la Figura 2.

$$\%R = 89.17 - 1.54X_1 + 5.15X_2 + 3.04X_1X_2 - 6.50X_1^2 - 0.83X_2^2 \quad [8]$$

Figura 2

Efecto de las variables independientes de la Fase 2 sobre el rendimiento de biodiesel.



Índice de Acidez (IA)

En el Cuadro 11 se observa el efecto de las variables sobre el índice de acidez. Los tratamientos 4 y 6, con los mayores porcentajes de catalizador, fueron los que expresaron menor índice de acidez y viceversa, estos resultados son bastante similares con los obtenidos por Marcano et al. (2014), en un estudio de transesterificación desde aceite residuales de cocina. El autor explica que a medida se aumente el contenido de KOH en la reacción, significará una mayor catalización o ruptura de enlaces, donde si no se cuenta con una suficiente disponibilidad de moléculas de alcohol se formarán ácidos grasos libres, causantes del incremento de la acidez del biodiesel. Además, se refleja que para la cantidad de metanol utilizado también existe una relación, en este caso inversamente proporcional, debido a que según Aiello Mazzarri et al. (2019), a medida que incrementa la cantidad de metanol utilizado en la reacción es favorable en relación con los ácidos grasos libres, pues existirá un exceso de alcohol que será capaz de intervenir en esterificaciones de AGL.

Cuadro 11

Efecto de las variables independientes de la Fase 2 sobre el índice de acidez (IA) del biodiesel.

Tratamientos	%Catalizador	Relación molar (alcohol:aceite)	Índice de acidez (mg KOH/g) ± D.E.	C.V. (%)
1	1.0	4:1	0.318 ± 0.016	5.08
2	1.0	8:1	0.309 ± 0.000	0.00
3	3.0	4:1	*	
4	3.0	8:1	0.243 ± 0.016	6.66
5	0.6	6:1	0.328 ± 0.016	4.93
6	3.4	6:1	0.233 ± 0.016	6.93
7	2.0	3.2:1	0.300 ± 0.016	5.39
8	2.0	8.8:1	0.300 ± 0.016	5.39
9 ©	2.0	6:1	0.281 ± 0.000	0.00
10 ©	2.0	6:1	0.281 ± 0.000	0.00
11 ©	2.0	6:1	0.281 ± 0.000	0.00
12 ©	2.0	6:1	0.281 ± 0.000	0.00
13 ©	2.0	6:1	0.281 ± 0.000	0.00
14 ©	2.0	6:1	0.281 ± 0.000	0.00
% Coeficiente de variación (C.V.)			9.30%	

Nota. ©: Punto central del experimento. D.E.: Desviación Estándar. *: Este tratamiento sufrió un proceso de saponificación.

En el Cuadro 12 se muestran las variables lineales y cuadráticas de porcentaje de catalizador y relación molar para el modelo de regresión polinomial. A excepción del intercepto, todas las variables de porcentaje de catalizador y de relación molar alcohol:aceite no presentaron diferencias estadísticamente significativas ($P \leq 0.05$), demostrando en la modelación ningún efecto sobre el índice de acidez, ya sea al aumentar o disminuir el porcentaje de catalizador o metanol en los tratamientos.

Cuadro 12

Estadígrafos del modelo de regresión polinomial de la Fase 2 para el índice de acidez (IA) del biodiesel.

Variable	Coefficientes de Regresión	Valor P
Intercepto	0.435489	0.000146*
X ₁	-0.054294	0.098297 ^{ns}
X ₁ ²	-0.006183	0.255591 ^{ns}
X ₂	-0.022152	0.222827 ^{ns}
X ₂ ²	0.000942	0.477078 ^{ns}
X ₁ X ₂	0.0065	0.090702 ^{ns}
R ₂		0.90

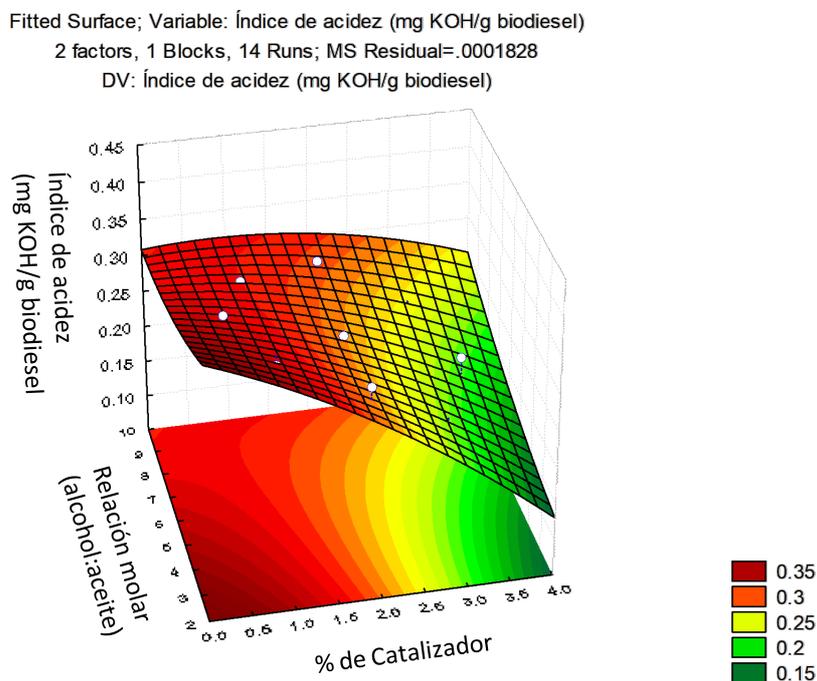
Nota. Diferencias significativas donde $P < 0.05$. ^{ns}: No significativo. R²: Coeficiente de determinación. X₁: % Catalizador. X₂: Relación molar alcohol:aceite.

En el Cuadro 12 se observa que la interacción entre ambas variables no fue significativa con un P mayor a 0.05, lo que demuestra que la variación en el valor de una de las dos variables no afecta en los valores de la otra. El coeficiente de regresión obtenido fue de 0.90, indicando que 90% de los datos se ajustaron al modelo y 10% no se acoplaron a este análisis. Dado esto, se reconoce también que al ser un R² mayor a 0.70, se puede presentar este modelo con un comportamiento predictivo.

Dado que las variables independientes no fueron significativas sobre la dependiente, no se logró determinar el modelo polinomial expresado en una ecuación, sin embargo, en la Figura 3 se muestra el efecto de estas sobre el índice de acidez del biodiesel.

Figura 3

Efecto de las variables independientes de la Fase 2 sobre el índice de acidez (IA) del biodiesel.



Índice de Estabilidad Oxidativa (OSI)

Aguilar et al. (2015) especifica en su publicación que una de las principales dificultades en el biodiesel es su oxidación, el cual es motivo de preocupación en el sector automotriz. Los productos de oxidación podrían ocasionar corrosión sobre los materiales que estén en contacto con ellos. En el Cuadro 13 se observa el efecto de las variables sobre el índice de estabilidad oxidativa. Los Tratamientos 4 y 6 son los que poseen los mayores porcentajes de catalizador y a su vez fueron los que expresaron mayor índice de estabilidad oxidativa. Estos resultados se puedan relacionar entre sí debido a que estadísticamente cumplieron con la probabilidad mayor a 0.05 y según Avelino Rosas (2014), la reacción de catálisis durante la transesterificación no modifica estructuralmente a los ácidos grasos del fluido, por lo que la cantidad de KOH en la formulación no tiene un límite influyente en las cadenas poliinsaturadas, favoreciendo la reducción de oxidación. Por otro lado, el tratamiento 8 fue el mejor para el OSI, con la relación molar de alcohol:aceite más alta, esto lo explica Torres et al. (2015)

bajo el fundamento de que existan más moléculas de metanol en el medio y esto asegura la unión de los ácidos grasos a estos.

Cuadro 13

Efecto de las variables independientes de la Fase 2 sobre el índice de estabilidad oxidativa (OSI) del biodiesel.

Tratamientos	%Catalizador	Relación molar (alcohol:aceite)	Índice de estabilidad oxidativa (h) ± D.E.	C.V. (%)
1	1.0	4:1	4.99 ± 0.03	0.60
2	1.0	8:1	5.00 ± 0.12	2.47
3	3.0	4:1		
4	3.0	8:1	5.06 ± 0.12	2.34
5	0.6	6:1	4.99 ± 0.03	0.64
6	3.4	6:1	5.05 ± 0.11	2.12
7	2.0	3.2:1	5.01 ± 0.08	1.56
8	2.0	8.8:1	5.06 ± 0.06	1.20
9 ©	2.0	6:1	4.97 ± 0.01	0.17
10 ©	2.0	6:1	4.98 ± 0.01	0.17
11 ©	2.0	6:1	4.97 ± 0.01	0.17
12 ©	2.0	6:1	4.99 ± 0.01	0.17
13 ©	2.0	6:1	4.97 ± 0.01	0.17
14 ©	2.0	6:1	4.97 ± 0.01	0.17
% Coeficiente de variación (C.V.)			0.69%	

Nota. ©: Punto central del experimento. D.E.: Desviación Estándar.

En el Cuadro 14 se muestran las variables lineales y cuadráticas de porcentaje de catalizador y relación molar para el modelo de regresión polinomial. Las variables de porcentaje de catalizador presentaron diferencias estadísticamente significativas ($P \leq 0.05$), lo que demuestra en la modelación un efecto que, al aumentar el porcentaje de catalizador en los tratamientos, aumenta la estabilidad oxidativa. Además, las variables de relación molar alcohol:aceite también presentaron un valor P menor a 0.05, lo que determina el efecto de este parámetro en el OSI del biodiesel, ya que las muestras tuvieron más horas de inducción a mayor relación molar alcohol:aceite tenían los tratamientos.

Cuadro 14

Estadígrafos del modelo de regresión polinomial de la fase 2 para índice de estabilidad oxidativa (OSI) del biodiesel.

Variable	Coefficientes de Regresión	Valor P
Intercepto	5.271544	0.00000000000008*
X ₁	-0.09328	0.00331086453473*
X ₁ ²	0.018806	0.00138554358152*
X ₂	-0.083039	0.00021776352528*
X ₂ ²	0.006615	0.00014817498942*
X ₁ X ₂	0.00625	0.0449378016382*
R ₂		0.90

Nota. Diferencias significativas donde P<0.05. ^{ns}: No significativo. R²: Coeficiente de determinación. X₁: % Catalizador. X₂: Relación molar alcohol:aceite.

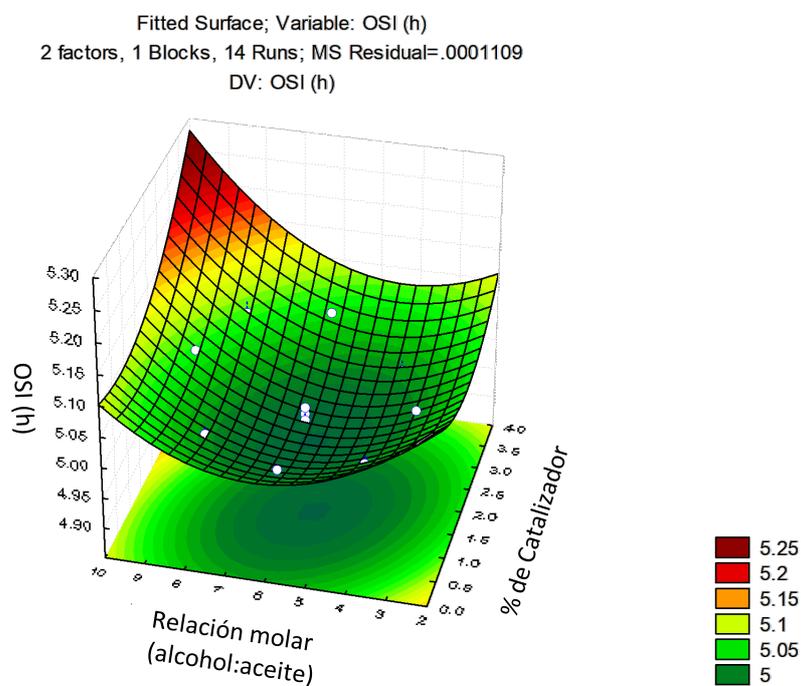
En el Cuadro 14 se observa que la interacción entre ambas variables fue significativa con un P < 0.05, lo que demuestra que la variación en el valor de una de las dos variables sí afecta en los valores de la otra. El coeficiente de regresión obtenido fue de 0.90, indicando que 90% de los datos se ajustaron al modelo y 10% no se acoplaron a este análisis. Dado esto, se reconoce también que al ser un R² mayor a 0.7, se puede presentar este modelo con un comportamiento predictivo.

De acuerdo con las variables independientes significativas se logró determinar el modelo polinomial expresado en la Ecuación 9 y graficado en la Figura 4.

$$OSI = 5.27 - 0.09X_1 - 0.08X_2 + 0.006X_1X_2 + 0.02X_1^2 + 0.007X_2^2 \quad [9]$$

Figura 4

Efecto de las variables independientes de la Fase 2 sobre el índice de estabilidad oxidativa (OSI) del biodiesel.

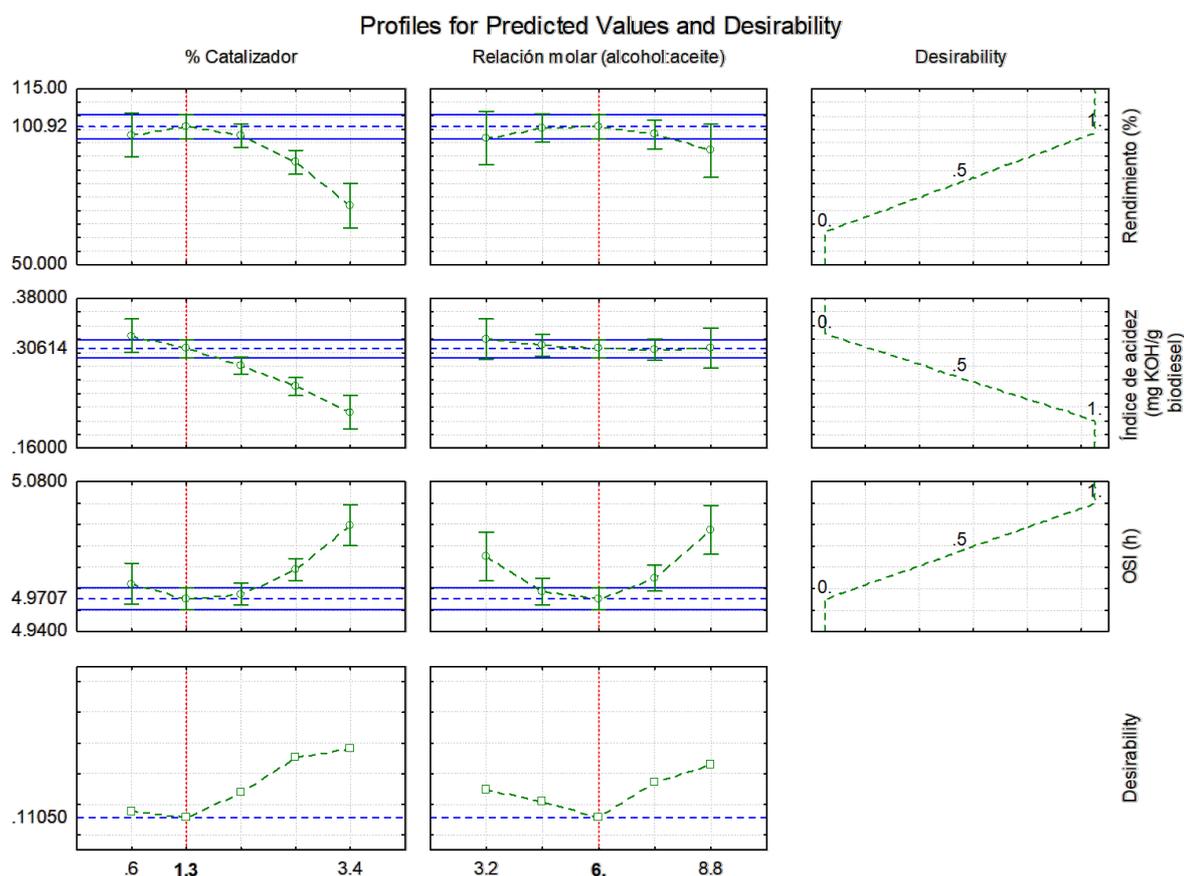


Función de Deseabilidad

La Figura 5 muestra los valores óptimos para las variables independientes sobre los distintos parámetros evaluados: rendimiento, índice de acidez y OSI. Para esta segunda fase, los valores encontrados por el paquete estadístico fueron de 1.3% de catalizador y relación molar alcohol:aceite de 6:1, estos parámetros químicos pertenecientes a la primera optimización, los cuales se utilizarán como parte de la formulación dentro de la fase física y proceso.

Figura 5

Valores óptimos de la función de deseabilidad en los parámetros químicos de la producción de biodiesel.



Fase 3. Optimización de Parámetros Físico y de Proceso del Biodiesel

Rendimiento de Biodiesel

En el Cuadro 15 se observa el efecto de las variables sobre la conversión de FAMES. Con respecto a la temperatura y velocidad de agitación, Quezada Rivera (2007), afirmó que la temperatura es uno de los factores más delicados dentro de la producción de biodiesel, ya que se pueden dar reacciones no deseadas como la saponificación o sobrecalentamiento. De acuerdo con las probabilidades mostradas en el Cuadro 16, el factor de temperatura sí se encuentra directamente relacionado con la producción de biodiesel. Arteaga Miñano et al. (2010), declararon en su estudio que a medida la temperatura de la reacción incrementa, el aceite tornará colores oscuros debido a la

oxidación. Raqueeb y Bhargavi (2015), obtuvieron resultados bastante similares y atribuyeron sus datos al punto de ebullición del metanol, pues a 65 °C este comienza a evaporarse y evita que pueda reaccionar con los ácidos grasos para unirse. No obstante, no se refleja la relación entre la cantidad de revoluciones utilizadas con producción de biodiesel, esto se confirma según Sarno e Iuliano (2019), pues hallaron que la velocidad de agitación no era influyente con la conversión, sin embargo completar la reacción de transesterificación tomaría un proceso más largo, por lo que no resulta eficiente en vista de costos de energía y tiempo.

Cuadro 15

Efecto de las variables independientes de la Fase 3 sobre el rendimiento de biodiesel.

Tratamientos	Temperatura (°C)	Velocidad de agitación (rpm)	Rendimiento (%) ± D.E.	C.V. (%)
1	45.0	200.0	93.50 ± 1.81	1.93
2	45.0	400.0	95.37 ± 1.02	1.07
3	65.0	200.0	76.97 ± 1.59	2.07
4	65.0	400.0	83.00 ± 2.79	3.36
5	42.9	300.0	95.67 ± 1.81	1.90
6	71.2	300.0	64.27 ± 2.80	4.36
7	50.0	158.6	97.50 ± 1.06	1.09
8	50.0	441.4	97.50 ± 1.35	1.38
9 ©	50.0	300.0	95.10 ± 0.96	1.00
10 ©	50.0	300.0	97.40 ± 0.96	1.00
11 ©	50.0	300.0	96.80 ± 0.96	1.00
12 ©	50.0	300.0	95.30 ± 0.96	1.00
13 ©	50.0	300.0	97.10 ± 0.96	1.00
14 ©	50.0	300.0	96.70 ± 0.96	1.00
% Coeficiente de variación (C.V.)			13.17%	

Nota. ©: Punto central del experimento. D.E.: Desviación Estándar.

En el Cuadro 16 se muestran las variables lineales y cuadráticas de temperatura y velocidad de agitación para el modelo de regresión polinomial. Las variables de porcentaje de temperatura presentaron diferencias estadísticamente significativas ($P \leq 0.05$), lo que demuestra en la modelación un efecto de los distintos tratamientos de temperatura frente al rendimiento. Por otro lado, las variables de velocidad de agitación no presentaron un valor P menor a 0.05, lo que determina la ausencia de efecto de este parámetro en la producción de biodiesel.

Cuadro 16

Estadígrafos del modelo de regresión polinomial de la Fase 3 para el rendimiento de biodiesel.

Variable	Coefficientes de Regresión	Valor P
Intercepto	-26.0518	0.226691 ^{ns}
X ₁	4.6767	0.000558*
X ₁ ²	-0.0502	0.000166*
X ₂	0.0561	0.268149 ^{ns}
X ₂ ²	-0.0001	0.110239 ^{ns}
X ₁ X ₂	0.0004	0.33301 ^{ns}
R ₂		0.99

Nota. * Presenta diferencias significativas en el modelo (P<0.05). ^{ns}: No significativo. R²: Coeficiente de determinación. X₁: Temperatura. X₂:

Velocidad de agitación.

Para la obtención de los resultados del Cuadro 16 se aplicó un modelo de segundo orden de términos lineales y cuadráticos de los efectos principales (temperatura y velocidad de agitación) y sus interacciones. Se encontró que la interacción entre ambas variables no fue significativa, con un P mayor a 0.05, lo que demuestra que la variación en el valor de una de las dos variables no afectó en los valores de la otra.

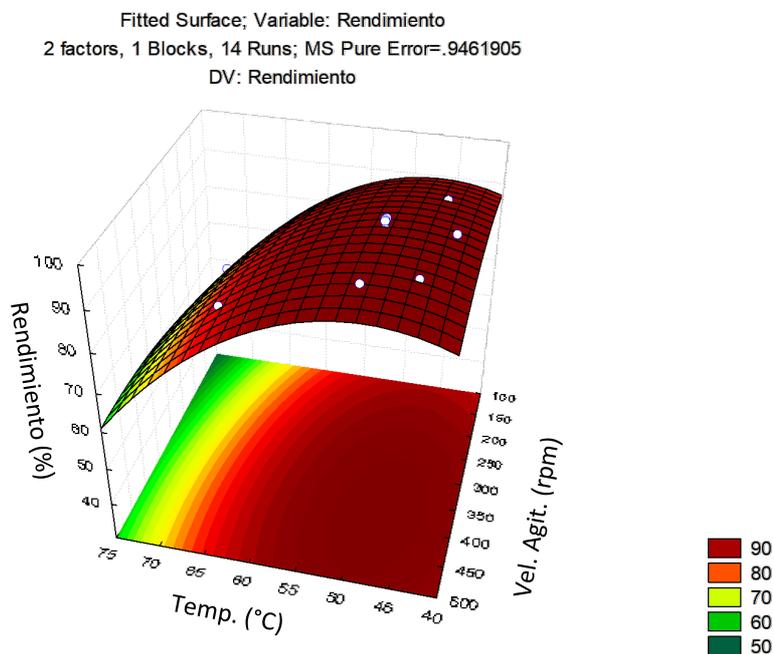
El coeficiente de regresión obtenido fue de 0.99, indicando que 99% de los datos se ajustaron al modelo y 1% no se acoplaron a este análisis. Dado esto, se reconoce también que al ser un R² mayor a 0.7, se puede presentar este modelo con un comportamiento predictivo.

De acuerdo con las variables independientes significativas se logró determinar el modelo polinomial expresado en la Ecuación 10 y graficado en la Figura 6.

$$\%R = 4.68X_1 - 0.05X_1^2 \quad [10]$$

Figura 6

Efecto de las variables independientes de la Fase 3 sobre el rendimiento de biodiesel.



Poder Calorífico

En el Cuadro 17 se muestra el efecto de las variables frente al poder calorífico del biodiesel. Este parámetro se mide con un calorímetro, el cual fomenta la combustión para calcular el calor liberado por la muestra durante la reacción. Torres (2015), mencionó que el biodiesel tiene un alto poder calorífico, lo que significa un buen impacto en el desempeño del motor, tanto en el nivel de ruido y en los gases de emisiones. De acuerdo con el Cuadro 17, las probabilidades no son significativas respecto al efecto de las variables sobre el poder calorífico desarrollado en el combustible. Arteaga et al. (2010) obtuvieron un comportamiento similar en su investigación, por lo que mencionan al poder calorífico con un comportamiento similar a la producción, ya que la calorimetría no dependerá de los procesos sino del origen de la materia analizada. Quezada (2007), tras su estudio en evaluar energía de combustión de biodiesel, afirma que, de acuerdo con sus resultados, a mayor tamaño de las cadenas de ácidos grasos de los aceites de maíz y soya (oleico C18:1 y linoleico C18:2), estos cedieron

mayor poder calorífico a los biodiesel de ambas fuentes, sumado al aporte de 9 cal/g al referirse de un lípido como origen.

Cuadro 17

Efecto de las variables independientes de la Fase 3 sobre el poder calorífico del biodiesel.

Tratamientos	Temperatura (°C)	Velocidad de agitación (rpm)	Poder calorífico (cal/g) ± D.E.	C.V. (%)
1	45.0	200.0	9227.74 ± 198.09	2.15
2	45.0	400.0	9248.03 ± 203.18	2.20
3	65.0	200.0	9299.24 ± 123.52	1.33
4	65.0	400.0	9300.35 ± 42.41	0.46
5	42.9	300.0	9392.77 ± 35.83	0.38
6	71.2	300.0	9430.90 ± 293.02	3.11
7	50.0	158.6	9470.50 ± 206.20	2.18
8	50.0	441.4	9470.50 ± 200.03	2.11
9 ©	50.0	300.0	9603.40 ± 172.86	1.84
10 ©	50.0	300.0	9143.72 ± 172.86	1.84
11 ©	50.0	300.0	9499.82 ± 172.86	1.84
12 ©	50.0	300.0	9278.38 ± 172.86	1.84
13 ©	50.0	300.0	9534.19 ± 172.86	1.84
14 ©	50.0	300.0	9430.83 ± 172.86	1.84
% Coeficiente de variación (C.V.)			1.01%	

Nota. ©: Punto central del experimento. D.E.: Desviación Estándar.

En el Cuadro 18 se muestran las variables lineales y cuadráticas de temperatura y velocidad de agitación para el modelo de regresión polinomial referente al poder calorífico del biodiesel. A excepción del intercepto, todas las variables de porcentaje de estos dos parámetros mencionados no presentaron diferencias estadísticamente significativas ($P \leq 0.05$), demostrando en la modelación ningún efecto sobre el poder calorífico del biocombustible, ya sea al aumentar o disminuir la temperatura o velocidad de agitación en los tratamientos.

Cuadro 18

Estadígrafos del modelo de regresión polinomial de la Fase 3 para el poder calorífico del biodiesel.

Variable	Coefficientes de Regresión	Valor P
Intercepto	6517.211	0.0852 ^{ns}
X ₁	72.949	0.549469 ^{ns}
X ₁ ²	-0.492	0.637044 ^{ns}
X ₂	5.598	0.484952 ^{ns}
X ₂ ²	-0.004	0.669277 ^{ns}
X ₁ X ₂	-0.057	0.428883 ^{ns}
R ₂		0.12

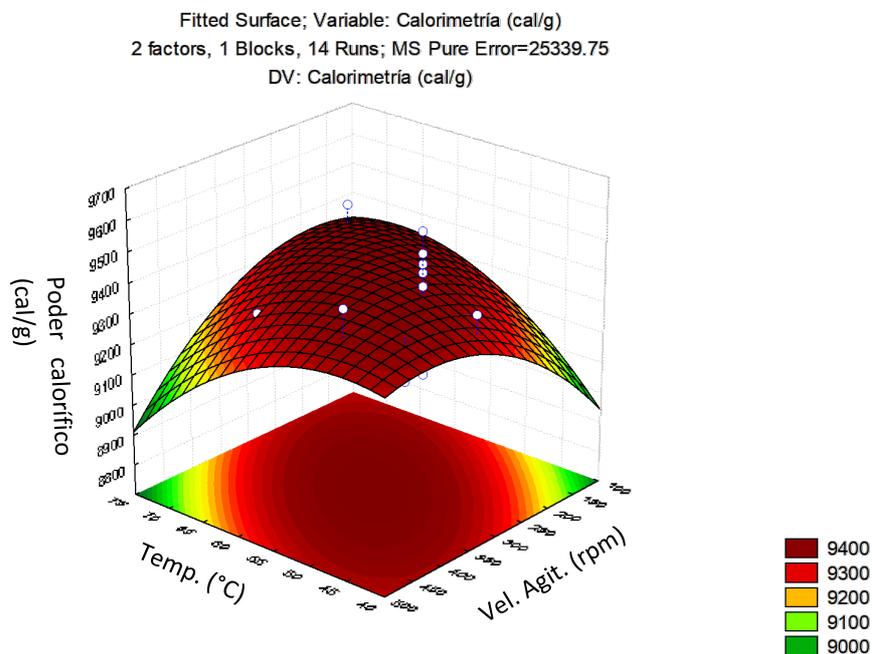
Nota. Diferencias significativas donde $P < 0.05$. ^{ns}: No significativo. R²: Coeficiente de determinación. X₁: % Temperatura. X₂: Velocidad de agitación.

En el Cuadro 18 se observa que la interacción entre ambas variables no fue significativa, con un P mayor a 0.05, lo que demuestra que la variación en el valor de una de las dos variables no afecta en los valores de la otra. El coeficiente de regresión obtenido es de 0.12, indicando que 12% de los datos se ajustaron al modelo y 88% no se acoplaron a este análisis. Dado esto, se reconoce también que al ser un R² mayor a 0.7, se puede presentar este modelo con un comportamiento tendencioso.

Dado que las variables independientes no fueron significativas, no se logró determinar el modelo polinomial expresado en una ecuación, sin embargo, en la Figura 7 se muestra el efecto de ellas sobre el poder calorífico del biodiesel.

Figura 7

Efecto de las variables independientes de la Fase 3 sobre el poder calorífico del biodiesel.



Viscosidad Cinemática

En el Cuadro 19 se muestra el efecto de las variables frente a la viscosidad cinemática del biodiesel. Este análisis es necesario para validar el buen funcionamiento en los motores Diesel, un combustible muy viscoso puede llevar a fallas en la combustión y formación de depósitos (Marcano et al. 2014). La viscosidad aumenta a medida que el fluido esté compuesto en su mayoría por ácidos grasos de cadena larga y saturados, este viene determinada desde el origen del aceite el cual se obtuvo el biodiesel. No obstante, asegurar una transesterificación completa ayuda a que el valor de este parámetro no incremente, esto se refuerza por García-Muentes et al. (2017), quienes aseguran que la diferencia de viscosidad entre aceite y biodiesel se debe a la separación de la molécula de glicerol en los triglicéridos que componen el material. De acuerdo con el Cuadro 20, las probabilidades no son significativas respecto al efecto de las variables sobre la viscosidad característica del combustible. Al igual que el poder calorífico, la viscosidad depende en mayor parte de la composición del aceite utilizado como materia prima. Por otro lado, a pesar de que en este estudio no se encontró la

influencia de la temperatura y agitación sobre la viscosidad, Rodríguez-Martínez et al. (2012) explica que los factores de proceso como la relación de tiempo y temperatura podrían influir en la conversión de aceite en FAMES, lo cual está vinculado en una menor viscosidad.

Cuadro 19

Efecto de las variables independientes de la Fase 3 sobre la viscosidad cinemática del biodiesel.

Tratamientos	Temperatura (°C)	Velocidad de agitación (rpm)	Viscosidad cinemática (mm ² /s) ± D.E.	C.V. (%)
1	45.0	200.0	5.93 ± 0.39	6.52
2	45.0	400.0	5.88 ± 0.08	1.33
3	65.0	200.0	5.70 ± 0.10	1.73
4	65.0	400.0	6.33 ± 0.06	0.95
5	42.9	300.0	6.22 ± 0.14	2.26
6	71.2	300.0	5.79 ± 0.06	0.98
7	50.0	158.6	5.89 ± 0.14	2.39
8	50.0	441.4	6.33 ± 0.13	2.06
9 ©	50.0	300.0	5.74 ± 0.09	1.61
10 ©	50.0	300.0	5.81 ± 0.09	1.61
11 ©	50.0	300.0	5.77 ± 0.09	1.61
12 ©	50.0	300.0	5.99 ± 0.09	1.61
13 ©	50.0	300.0	5.74 ± 0.09	1.61
14 ©	50.0	300.0	5.80 ± 0.09	1.61
% Coeficiente de variación (C.V.)			4.03%	

Nota. ©: Punto central del experimento. D.E.: Desviación Estándar.

En el Cuadro 20 se muestran las variables lineales y cuadráticas de temperatura y velocidad de agitación para el modelo de regresión polinomial referente a la viscosidad del biodiesel. A excepción del intercepto, todas las variables tanto de temperatura y agitación no presentaron diferencias estadísticamente significativas ($P \leq 0.05$), demostrando en la modelación ningún efecto sobre la viscosidad del biocombustible, ya sea al aumentar o disminuir los valores de ambos parámetros en los tratamientos.

Cuadro 20

Estadígrafos del modelo de regresión polinomial de la Fase 3 para la viscosidad cinemática del biodiesel.

Variable	Coefficientes de Regresión	Valor P
Intercepto	14.308	0.015462*
X ₁	-0.31107	0.092117 ^{ns}
X ₁ ²	0.00244	0.117966 ^{ns}
X ₂	-0.00165	0.876371 ^{ns}
X ₂ ²	-0.00001	0.497201 ^{ns}
X ₁ X ₂	0.00015	0.140181 ^{ns}
R ₂		0.52

Nota. * Presenta diferencias significativas en el modelo (P<0.05). ^{ns}: No significativo. R²: Coeficiente de determinación. X₁: % Temperatura.

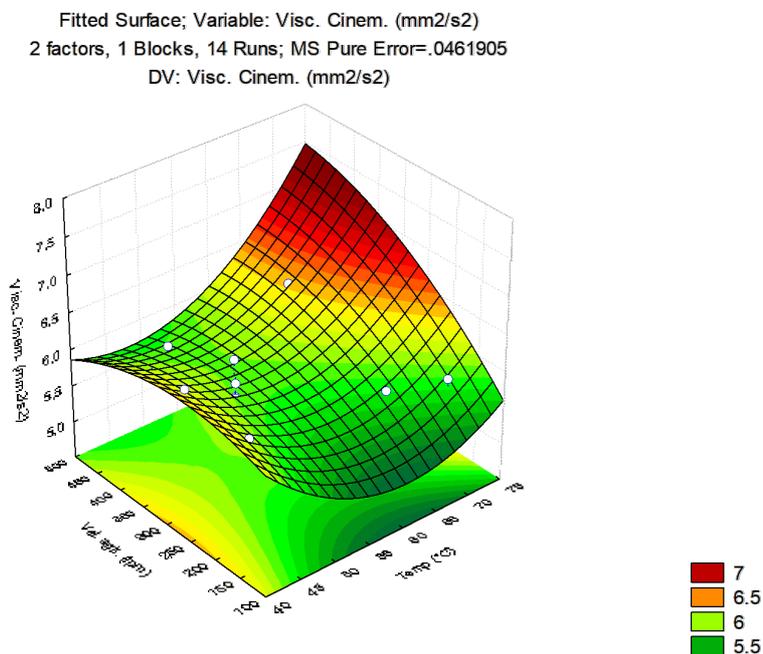
X₂: Velocidad de agitación.

En el Cuadro 20 se observa que la interacción entre ambas variables no fue significativa, con un P mayor a 0.05, lo que demuestra que la variación en el valor de una de las dos variables no afecta en los valores de la otra. El coeficiente de regresión obtenido es de 0.52, indicando que 52% de los datos se ajustan al modelo y 48% no se acoplan a este análisis. Dado esto, se reconoce también que al ser un R² mayor a 0.7, se puede presentar este modelo con un comportamiento tendencioso.

Dado que las variables independientes no fueron significativas, no se logró determinar el modelo polinomial expresado en una ecuación, sin embargo, en la Figura 8 se muestra el efecto de ellas sobre la viscosidad cinemática del biodiesel.

Figura 8

Efecto de las variables independientes de la Fase 3 sobre la viscosidad cinemática del biodiesel.

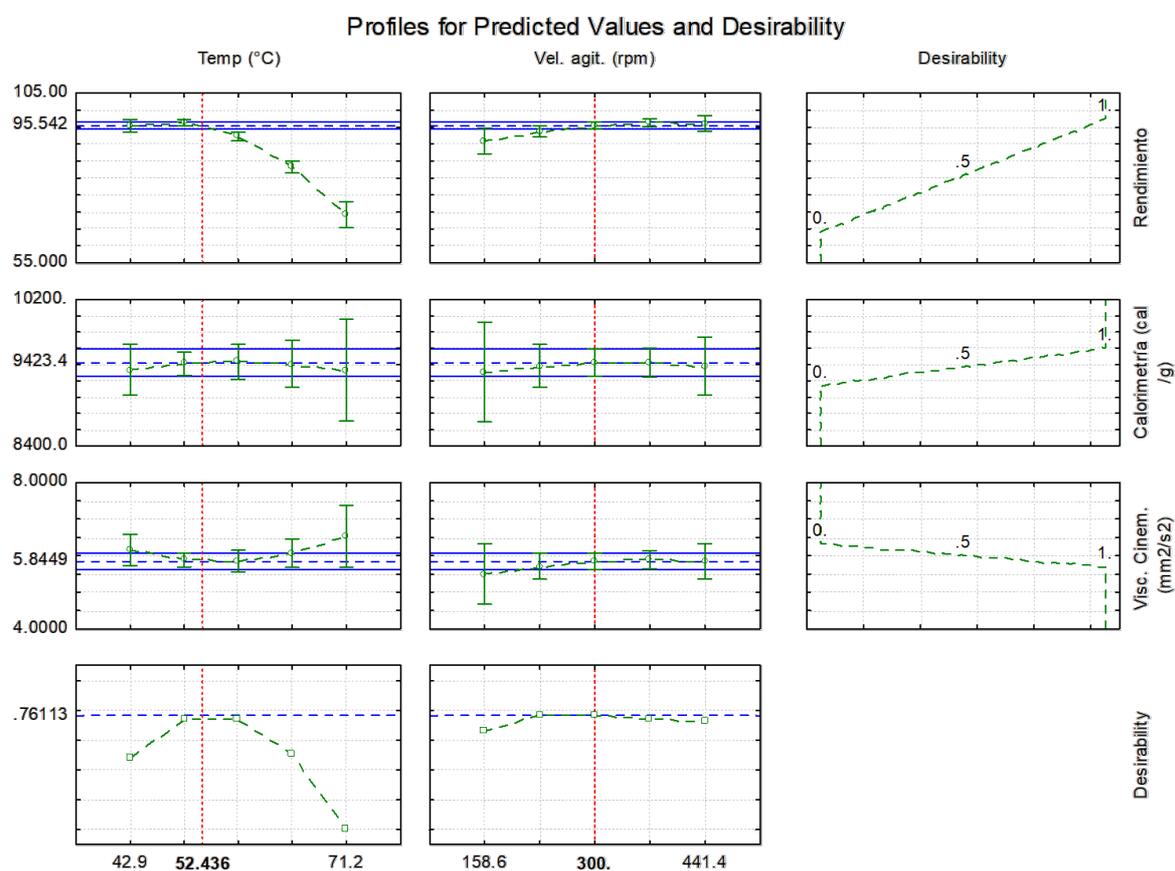


Función de Deseabilidad

La Figura 9 muestra los valores óptimos para las variables independientes sobre los distintos parámetros evaluados: rendimiento, poder calorífico y viscosidad cinemática. Para esta tercera fase, los valores encontrados por el paquete estadístico fueron de 52.4 °C en temperatura y 300 revoluciones por minuto, estos parámetros del proceso son pertenecientes a la última optimización, los cuales junto con los parámetros químicos óptimos son útiles para proponerlos a la industria como nueva formulación.

Figura 9

Valores óptimos de la función de deseabilidad en los parámetros físico y proceso de la producción de biodiesel.



Determinación de Cumplimiento de Normas

En el Cuadro 21 se plasman los valores de las propiedades fisicoquímicas evaluadas en el tratamiento de biodiesel óptimo, las cuales fueron comparadas con los requerimientos mínimos y/o máximos de las normativas ASTM D6751 y DIN EN 14214:2017 (Anexo A y B). Ambas normas o estándares son de referencia a nivel mundial, sin embargo, presentan diferencias en sus límites de cumplimiento, siendo el estándar europeo más estricto que la normativa del ASTM. Para las propiedades de viscosidad cinemática e índice de estabilidad oxidativa, el biodiesel óptimo cumplió solo con la norma ASTM D6751; para el rendimiento solo obedece el estándar DIN EN 14214:2017, pues el ASTM no tiene un rango establecido que cumplir en este parámetro; en relación con el índice

de acidez se cumplió con ambas referencias y de acuerdo con calorimetría no existen límites que estas directrices determinen.

Cuadro 21

Propiedades del tratamiento óptimo respecto a su cumplimiento con las normativas ASTM D6751 y DIN EN 14214:2017.

Propiedad	Unidad	Valor	Límite ASTM	Límite DIN EN	Cumplimiento
Rendimiento	%	97.53	N/A	>96.5	DIN EN 14214:2017
Calorimetría	Cal/g	9415.06	N/A	N/A	NA
Viscosidad cinemática	mm ² /s	5.81	1.9-6.0	3.5-5.0	ASTM D6751
Índice de acidez	mg KOH/g	0.281	>0.5	>0.5	DIN EN 14214:2017 ASTM D6751
OSI	h	4.98	>3	>8	ASTM D6751

Nota. OSI: Índice de estabilidad oxidativa. KOH: Hidróxido de potasio. NA: No Aplica

Conclusiones

Los análisis fisicoquímicos aplicados al aceite de doble uso del comedor Doris Stone demuestran que cumple con los parámetros establecidos por la literatura, siendo apto para considerarse como materia prima en la producción de biodiesel.

El tratamiento óptimo para producir biodiesel a partir de aceite de cocina utilizado es empleando los parámetros de 1.3% de catalizador, relación molar 6:1 de alcohol:aceite, temperatura de 52.44 °C y velocidad de agitación a 300 rpm, obteniendo con ello la mayor conversión de triglicéridos a metil-ésteres y la mejor calidad de este producto.

Los atributos del biodiesel optimizado se ajustan al menos a una de las normativas sometidas a evaluación (ASTM D6751 y DIN EN 14214:2017), garantizando su calidad para uso comercial en aplicaciones a motores diesel.

Recomendaciones

Extender la experimentación tomando en cuenta el efecto del tiempo de reacción frente a la calidad del producto.

Incluir un análisis de los minerales Ca, Cu, Fe, P, K y Na presentes en el biodiesel obtenido y evaluar el impacto de los parámetros sobre estos.

Desarrollar un aprovechamiento del subproducto del proceso (glicerol) y desecho (agua de lavado).

Replicar la investigación empleando en el procesamiento aceite con más horas de uso en fritura y de distintos orígenes.

Realizar un estudio comparativo completo del uso de biodiesel frente al diesel convencional en motores de encendido por compresión.

Referencias

- Aguilar, C. A., Rodríguez, K., González, S. C. y Rios, L. A. (2015). Evaluación de la Estabilidad Oxidativa del Biodiesel de *Jatropha* (*Jatropha curcas* L.) mediante el uso de Antioxidantes Sintéticos y Biodiesel de Palma. *Información Tecnológica*, 26(2), 51–60. <https://doi.org/10.4067/S0718-07642015000200007>
- Aiello Mazzarri, C., Salazar, Y., Urribarrí, A., Arenas Dávila, E., Sánchez Fuentes, J. y Ysambertt, F. (2019). Producción de biodiésel a partir de las grasas extraídas de la borra de café: esterificación con H₂SO₄ y transesterificación con KOH. *Ciencia E Ingeniería Neogranadina*, 29(1), 53–66. <https://doi.org/10.18359/rcin.2899>
- Alejandro Torres, Castillo Barragán, V. H., Lugo Leyte, R., Lugo Méndez, H. y Aguilar Valdivia, R. (2015). Poder calorífico inferior de biodiesel de distintas fuentes y su desempeño en el motor. En Sociedad Mexicana de Termodinámica. <https://cutt.ly/KZyzXnT>
- Alfonso Alvarez, J. A. (2013). *Obtención de biodiesel a partir de aceites usados en casa habitación de la comunidad del Refugio*. Centro de investigación en materiales avanzados, Chihuahua, México. <https://cutt.ly/KZyp4Tn>
- American Society for Testing and Materials. (2008). *New Biodiesel Specifications Published by ASTM International*. Estados Unidos. <https://cutt.ly/3LFNzWH>
- Arteaga Miñano, H., Siche Jara, R., Pagador, S. y Cáceres, H. (2010). Efecto de la temperatura y tiempo de transesterificación en el rendimiento y poder calórico de biodiesel a partir de grasa refinada de pollo. *Scientia agropecuaria*, 1(1), 37–45. <https://cutt.ly/rZyceuU>
- Avelino Rosas, R. (2014). *Elaboración de biodiesel catalizado en SiO₂ con alto contenido de cobre* [Tesis]. Centro de investigación en materiales avanzados, Puebla, México. <https://cutt.ly/AZygeTq>
- Bhadana, B. y Tyagi, R. D. (2019). Biodiesel from Waste Cooking Oil. En R. D. Tyagi, R. Y. Surampalli, T. C. Zhang, S. Yan y X. Zhang (Eds.), *Biodiesel Production* (pp. 151–174). American Society of Civil Engineers. <https://doi.org/10.1061/9780784415344.ch07>
- Codex Committee on Fats and Oils (2009). Informe de la sesión número 21. https://www.iffco.com/system/files/downloads/Codex_Fats%20and%20oils%20committee.pdf
- Esquivel Ramírez, A., Castañeda Ovando, A. y Ramírez Godínez, J. (2014). Cambios químicos de los aceites comestibles durante el proceso de fritura. Riesgos en la salud. *PÁDI Boletín Científico De Ciencias Básicas E Ingenierías Del ICBI*, 2(3). <https://doi.org/10.29057/icbi.v2i3.526>
- García-Muentes, S. A., Lafargue-Pérez, F., Labrada-Vásquez, L., Díaz Velásquez, M. y Sánchez-del-Campo-Lafita, A. E. (2017). Propiedades fisicoquímicas del aceite y biodiesel producidos de la *Jatropha curcas* L. en la provincia de Manabí, Ecuador. *Revista Cubana De Química*, 30(1), 142–158. <https://cutt.ly/NZybW4f>
- Georgescu, C., Deleanu, L. y Catalin Cristea, G. (2019). Tribological Behavior of Soybean Oil. En M. Kasai (Ed.), *Soybean - Biomass, Yield and Productivity*. IntechOpen. <https://doi.org/10.5772/intechopen.81234>

Guerrero F., C. A., Guerrero-Romero, A. y E., F. (2011). Biodiesel Production from Waste Cooking Oil. En M. Stoytcheva (Ed.), *Biodiesel - Feedstocks and Processing Technologies*. InTech. <https://doi.org/10.5772/25313>

Hao, M. M., Li, X. H., Liu, H. D., Yang, W. Q., Shao, C. X., Liu, S. H. y Chen, L. (2014). Effect of Different Storage Conditions on Soybean Oil Acid Value. *Advanced Materials Research*, 962-965, 1235–1238. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/AMR.962-965.1235>

Hilbert, J., Sbarra, R. y Lopez Amorós, M. (2012). *Producción de biodiesel a partir de aceite de soja: Contexto y evolución reciente*. INTA.

Ioan I. Ștefănescu, Camelia Calomir, George Chiriță (2002). On the future of biodegradable vegetable lubricants used for industrial trybosystems. *The Annals of University*, 8, 94–98. <https://cutt.ly/3ZyuyVM>

Jordi-Roger Riba, Bernat Esteban, Grau Baquero, Rita Puig y Antoni Rius (2010). Caracterización de las propiedades físicas de aceites vegetales para ser utilizados como carburante en motores diésel. *Afinidad: Revista de química teórica y aplicada*, 67(546), 100–106. <https://cutt.ly/YZyoR7G>

Juárez Norma Sammán, M. (2007). El deterioro de los aceites durante la fritura. *Revista Española De Nutrición Comunitaria*, 13(2). <https://cutt.ly/gLFMMID>

Kalam, M. A., Masjuki, H. H., Jayed, M. H. y Liaquat, A. M. (2011). Emission and performance characteristics of an indirect ignition diesel engine fuelled with waste cooking oil. *Energy*, 36(1), 397–402. <https://doi.org/10.1016/j.energy.2010.10.026>

Lafont, J. J., Durango, L. C. y Aramendiz, H. (2014). Estudio químico del aceite obtenido a partir de siete variedades de soya (*Glycine max* L.). *Información Tecnológica*, 25(2), 79–86. <https://doi.org/10.4067/S0718-07642014000200009>

Lopez, L., Bocanegra, J. y Malagón-Romero, D. (2015). Obtención de biodiesel por transesterificación de aceite de cocina usado. *Ingeniería Universitaria*, 19(1), 155–172. <https://cutt.ly/tZyd8RY>

Marcano, L., Machillanda, E., Sojo, M., Quijada, K. y Di Scipio, K. (2014). Estudio de la obtención de biodiesel a partir de productos secundarios de la reacción de transesterificación de aceites residuales de cocina. *Revista De La Facultad De Ingeniería UCV*, 29(1), 65–74. <https://cutt.ly/oZysy5W>

Marzo Carpio, M. (2014). Energía, desarrollo, demografía y recursos naturales. *Revista De Humanidades*, 13(2), 182–196. <https://cutt.ly/3LDOQTd>

Moreira Santos, E. (2012). Principales características de las materias primas utilizadas en la producción de biodiesel: la influencia del contenido y la concentración de los ácidos grasos. *INGENIUM*, 13(25), 53–61. <https://cutt.ly/XZyicoN>

Murcia Ordoñez, B. (2013). Caracterización de biodiesel obtenido de aceite residual de cocina. *Revista Colombiana de Biotecnología*, 15(1), 61–70. <https://cutt.ly/OZypj1L>

Nani Guarieiro, L., Pinto, A., Fernandes de Aguilar, P. y Moura Riveira, N. (2008). Metodología analítica para quantificar o teor de biodiesel na mistura biodiesel:diesel utilizando espectroscopia na região do infravermelho. *Quim Nova*, 31(2), 421–426. <https://cutt.ly/NLDIF8s>

Nnamani, R. C., Okwu, P. N., John, B. y Abayeh, O. J. (2020). Preliminary investigation of transesterified waste cooking oil (WCO) as a biodiesel. *Journal of Chemical Society of Nigeria*, 45(5). <https://doi.org/10.46602/jcsn.v45i5.515>

Organización de las Naciones Unidas para la Agricultura y Alimentación, Organización mundial de la Salud. (2021). *Comisión del Códex Alimentarius: Normas para aceites vegetales especificados*. <https://cutt.ly/8LF0tWj>

Peng, Y.-P., Amesho, K., Chen, C.-E., Jhang, S.-R., Chou, F.-C. y Lin, Y.-C. (2018). Optimization of Biodiesel Production from Waste Cooking Oil Using Waste Eggshell as a Base Catalyst under a Microwave Heating System. *Catalysts*, 8(2), 81. <https://doi.org/10.3390/catal8020081>

Pinales Arias NM. (2021). *Evaluación de la calidad fisicoquímica del aceite de fritura en dos centros de servicios alimentarios en la Escuela Agrícola Panamericana Zamorano* [Tesis]. Escuela Agrícola Panamericana, Zamorano, Honduras. <https://cutt.ly/SZyi2Ct>

Poudel, J., Karki, S., Sanjel, N., Shah, M. y Oh, S. (2017). Comparison of biodiesel obtained from virgin cooking oil and waste cooking oil using supercritical and catalytic transesterification. *Energies*, 10(4), 546. <https://doi.org/10.3390/en10040546>

Prasutiyon, H. y Zuhdi MF, A. (2020). Biodiesel Waste Cooking Oil is Environmentally Friendly Alternative Fuels and More Feasible than Fossil Fuels. *International Journal of Marine Engineering Innovation and Research*, 5(3). <https://doi.org/10.12962/j25481479.v5i3.6836>

Quezada Rivera, J. C. (2007). *Evaluación de la energía de combustión y otros parámetros físico-químicos del biodiesel obtenido a partir de cinco aceites vegetales* [Tesis]. EAP Zamoano, FM, Honduras. <https://cutt.ly/lZyc9l0>

Rahadianti, E. S., Yerizam, Y. y Martha, M. (2018). Biodiesel Production from Waste Cooking Oil. *Indonesian Journal of Fundamental and Applied Chemistry*, 3(3), 77–82. <https://doi.org/10.24845/ijfac.v3.i3.77>

Rajesh, K., Devan, P. K., Srinath Maruthi, M., Vignesh, N. P., Vigneshvar, S. y Sethu, V. (2021). Production and Performance of Biodiesel from Palm Fatty Acid Distillate. *Journal of Physics: Conference Series*, 2054(1), 12016. <https://doi.org/10.1088/1742-6596/2054/1/012016>

Raqueeb, M. A. y Bhargavi, R. (2015). Biodiesel production from waste cooking oil. *Journal of Chemical and Pharmaceutical Research*, 7(12), 670–681. <https://cutt.ly/6ZyhSaN>

Refaat, A. A., Attia, N. K., Sibak, H. A., El Sheltawy, S. T. y Eldiwani, G. I. (2008). Production optimization and quality assessment of biodiesel from waste vegetable oil. *International Journal of Environmental Science & Technology*, 5(1), 75–82. <https://doi.org/10.1007/BF03325999>

Rodrigues, M. I. y Iemma, A. F. (2015). *Experimental design and process optimization*. CRC Press Taylor & Francis Group.

Rodríguez-Martínez, C., Lafargue-Pérez, F., Sotolongo-Pérez, J. A., Rodríguez-Poveda, A. y Assuncao Nascimento, J. C. (2012). Determinación de las propiedades físicas y carga crítica del aceite vegetal *Jatropha curcas* L. *Ingeniería Mecánica*, 15(3), 170–175. <https://cutt.ly/PZytYpL>

Rojas Uribe, E. H. y Narváez Rincón, P. C. (2011). Método de análisis de calidad del aceite durante el freído por inmersión para pequeñas y medianas empresas, 31(1), 83–92. <https://cutt.ly/zZywRcm>

Santo Filho, D. M. E., Rodrigues, C. R. C., Barbosa, A. P. F., dos Santos, J. J. P., Baldner, F. O., Pereira, R. G., Castro, C. S. C., Siqueira, J. R. R., Daroda, R. J. y Lima, L. S. (2012). Metrological Approach in the Study of Biodiesel Viscosity Variation with Temperature. *Journal of ASTM International*, 9(5), 104612. <https://doi.org/10.1520/JAI104612>

Sarno, M. y Iuliano, M. (2019). Biodiesel production from waste cooking oil. *Green Processing and Synthesis*, 8(1), 828–836. <https://doi.org/10.1515/gps-2019-0053>

Villanueva López, E., Castillo Benites, D. y Rodríguez Páucar, G. (2013). Influence of the Rancimat parameters on the determination of oxidative stability index of *Sesamum Indicum* L. Oil. *Scientia Agropecuaria*, 4(3), 173–180. <https://doi.org/10.17268/sci.agropecu.2013.03.03>

World Food Program. (2022). *Technical Specifications for: fortified vegetable oil - soybean oil*. Roma, Italia. <https://cutt.ly/7LF2WqG>

Zhang, Y., Dubé, M. A., Mc Lean, D. D. y Kates, M. (2003). Biodiesel production from waste cooking oil: 1. Process design and technological assessment. *Bioresource Technology*, 89(1), 1–16. [https://doi.org/10.1016/S0960-8524\(03\)00040-3](https://doi.org/10.1016/S0960-8524(03)00040-3)

Anexos

Anexo A

Requerimientos detallados para biodiesel según la normativa ASTM D6751.

Property	Test Method ^A	Grade No. 1-B S15	Grade No. 1-B S500	Grade No. 2-B S15	Grade No. 2-B S500
Sulfur, ^B % mass (ppm), max	D5463	0.0015 (15)	0.05 (500)	0.0015 (15)	0.05 (500)
Cold soak filterability, seconds, max	D7501	200	200	360 ^C	360 ^C
Monoglyceride content, % mass, max	D6584	0.40	0.40	---	---
Requirements for All Grades					
Calcium and Magnesium, combined, ppm (µg/g), max	EN 14538	5	5	5	5
Flash point (closed cup), °C, min	D93	93	93	93	93
Alcohol control					
One of the following shall be met:					
1. Methanol content, mass %, max	EN 14110	0.2	0.2	0.2	0.2
2. Flash point, °C, min	D93	130	130	130	130
Water and sediment, % volume, max	D2709	0.050	0.050	0.050	0.050
Kinematic viscosity, ^D mm ² /s, 40 °C	D445	1.9-6.0	1.9-6.0	1.9-6.0	1.9-6.0
Sulfated ash, % mass, max	D874	0.020	0.020	0.020	0.020
Copper strip corrosion, max	D130	No. 3	No. 3	No. 3	No. 3
Cetane number, min	D613	47	47	47	47
Cloud point, ^E °C	D2500	Report	Report	Report	Report
Carbon residue, ^F % mass, max	D4530	0.050	0.050	0.050	0.050
Acid number, mg KOH/g, max	D664	0.50	0.50	0.50	0.50
Free glycerin, % mass, max	D6584	0.020	0.020	0.020	0.020
Total glycerin, % mass, max	D6584	0.240	0.240	0.240	0.240
Phosphorus content, % mass, max	D4951	0.001	0.001	0.001	0.001
Distillation temperature,	D1160	360	360	360	360
Atmospheric equivalent temperature, 90 % recovered, °C, max					
Sodium and Potassium, combined, ppm (µg/g), max	EN 14538	5	5	5	5
Oxidation stability, hours, min	EN 15751	3	3	3	3

^A The test methods indicated are the approved referee methods. Other acceptable methods are indicated in 5.1.

^B Other sulfur limits may apply in selected areas in the United States and in other countries.

^C For additional cold weather considerations, see Appendix X3.

^D See X1.3.1. The 6.0 mm²/s upper viscosity limit is higher than petroleum based diesel fuel and should be taken into consideration when blending.

^E The cloud point of biodiesel is generally higher than petroleum based diesel fuel and should be taken into consideration when blending.

^F Carbon residue shall be run on the 100 % sample (see 5.1.12).

Anexo B

Requerimientos detallados para biodiesel según la normativa DIN EN 14214:2017.

Table 1 — Generally applicable requirements and test methods

Property	Unit	Limits		Test method ^a (See Clause 2)
		minimum	maximum	
FAME content	% (m/m)	96,5	–	EN 14103
Density at 15 °C ^b	kg/m ³	860	900	EN ISO 3675 ^c EN ISO 12185
Viscosity at 40 °C ^d	mm ² /s	3,50	5,00	EN ISO 3104 EN 16896 ^e
Flash point ^f text ^g	°C	101	–	EN ISO 2719 ^c text ^g EN ISO 3679 ^e
Cetane number ^f text ^h	–	51,0	–	EN ISO 5165 EN 15195 ^m EN 16715 EN 17155 ^g
Copper strip corrosion (3 h at 50 °C)	Rating	class 1		EN ISO 2160
Oxidation stability (at 110 °C)	h	8,0	–	EN 14112 ^c EN 15751 ^g
Acid value	mgKOH/g	–	0,50	EN 14104
Iodine value	g iodine/100 g	–	120	EN 14111 ^c EN 16300
Linolenic acid methyl ester	% (m/m)	–	12,0	EN 14103
Polyunsaturated (≥4 double bonds) methyl esters	% (m/m)	–	1,00	EN 15779
Methanol content	% (m/m)	–	0,20	EN 14110
Monoglyceride content	% (m/m)	–	0,70 ^l	EN 14105
Diglyceride content	% (m/m)	–	0,20	EN 14105
Triglyceride content	% (m/m)	–	0,20	EN 14105
Free glycerol	% (m/m)	–	0,02	EN 14105 ^c EN 14106
Total glycerol	% (m/m)	–	0,25	EN 14105
Water content	^f % (m/m) ^g	–	^f 0,050 ^g	EN ISO 12937
Total contamination	mg/kg	–	24	EN 12662 text ^g ^f ^g
Sulfated ash content	% (m/m)	–	0,02	ISO 3987

Sulfur content	mg/kg	–	10,0	EN ISO 20846 ^c EN ISO 20884 EN ISO 13032
Group I metals (Na+K) EN deleted text	mg/kg	–	5,0 EN ^k EN	EN 14108 ^c EN 14109 EN 14538
Group II metals (Ca+Mg)	mg/kg	–	5,0	EN 14538
Phosphorus content	mg/kg	–	4,0 EN ^l EN	EN 14107 ^c EN EN 16294 EN

^a See 5.5.1.

^b Density may be measured over a range of temperatures from 20 °C to 60 °C. Temperature correction shall be made according to the formula given in Annex B.

^c See 5.5.2.

^d If CFFP is –20 °C or lower, the viscosity shall be measured at –20 °C. The measured value shall not exceed 48 mm²/s. ~~EN~~ In this case, the standard test methods are applicable without the precision data owing to non-Newtonian behaviour in a two-phase system. ~~EN~~

~~EN~~ deleted text ~~EN~~

^e A 2 ml sample and apparatus equipped with a thermal detection device shall be used. See also 5.5.2.

^f ~~EN~~ The determination of derived cetane number for FAME is not included in the precision determinations of some test methods. ~~EN~~

~~EN~~ deleted text ~~EN~~

^g For use as an extender to diesel fuel Table 3 applies.

^h A lower limit may come into force after validation by work on the measurement standard precision (see Introduction).

ⁱ A lower limit of 2,5 mg/kg may come into force after validation work on the measurement standard and on engine oil impacts.

^m ~~EN~~ See 5.5.2. EN 15195 is applicable to the quantitative determination of the ignition characteristics of FAME, however the correlation data available were inconclusive about the precision of the equation. ~~EN~~

ⁿ ~~EN~~ EN 12662 is under revision for pure FAME. EN 12662:1998 [8] may be used as an alternative. ~~EN~~